

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
DEPARTEMENT : GENIE MINIER



Projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie minier

Thème :

**Amélioration de l'indice de blancheur du
carbonate de calcium du gisement
de Djebel EL Madjène (Constantine)**

Dirigés par :

Promoteur: Mr.SAADA Abdel-hafid (ENP)

Co-promoteur: Mr.BENBARKAT Abderrahim (ORGM)

Réalisée par :

M^{lle} BEDRI Khaoula

Promotion 2011/2012

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à mes parents, pour leur, amour, soutien, encouragement, et sacrifices, sans qui je n'aurai pas pu arriver à ce stade.

À la mémoire de mon frère Khaled ;

À mes très chers frères Mohamed et Salah et leurs familles ;

À mes très chères sœurs Nouara et Nour et leurs familles ;

À ma petite sœur Nesrine dont, je suis très fière, et à qui je souhaite beaucoup de réussite ;

À mes chères amies Wahiba et Salwa ;

À toute ma promotion 2012 ;

À tout(es) mes amis(es).

À tous ceux qui m'aiment et me portent dans leur cœur.

Khaoula

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements et toute ma gratitude à mon promoteur Mr .SAADA Abdel-hafid, pour le temps qu'il m'a accordé et les conseils qu'il m'a prodigué pour l'élaboration de mon projet de fin d'études.

Je voudrais exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à mon copromoteur Mr Mr.BENBARKATE Abderrahim pour ses précieux conseils.

Mes remerciements s'adressent aussi à Mr. OULD-HAMOU Malek pour ses précieux conseils et aides, réussissant à me guider tout au long de mon travail.

Un grand remerciement à Mr BENABDERRAHMANE Djamel pour son accueil, sa disponibilité et ses encouragements durant mon stage.

J'adresse également mes remerciements :

A Mr. AHMED ZAID Toudert pour sa collaboration.

A Mr.AKKAL Rezki pour ses conseils.

À Mr. DJAFR Ahmed : technicien de laboratoire au département Génie Minier,

À tous nos enseignants de l'ENP, et plus spécialement à ceux du département Génie Minier pour le savoir qu'ils nous ont transmis durant notre cursus,

À Mr. SAYAH Djellil Mohamed (ENG), le Président Directeur Général de l'ENG

À Monsieur AOULI Essaid : le Président Directeur Général de l'Office National de Recherche Géologique et Minière(O.R.G.M), ainsi qu'aux responsables des diverses départements qui ont contribué à la réalisation de mon stage pratique. En particulier :

- Mr. AZZRI Yahia : chef de département de géoservice(O.R.G.M)
- Mr. HILLAL Sehal : département de chimie(O.R.G.M).
- Mr. TAMI Kaddour: département de chimie(O.R.G.M).
- Mr. TAICHT Mohamed: pétrographe (O.R.G.M).
- M^{me} FARHI Razika, ingénieur en géotechnique (O.R.G.M).
- Mr. ABBAS Amar, géologue(ORG.M).

Je ne saurais terminer, sans avoir à remercier vivement le Président et les membres du jury pour avoir accepté de présider et d'examiner ce modeste travail.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce projet de fin d'étude.

ملخص

الهدف من هذا المشروع هو تحسين نوعية فحمت الكلسيوم و ذلك برفع درجة بياضها و ذلك بالتعاون مع لORGM تحت طلب من المؤسسة الوطنية للحصى لمنجم جبل المجان بقسنطينه نظرا لاستعمالاتها في الصناعات الكيمائية لذلك قسمنا العمل الى جزئين:

1-تحسين درجة البياض من خلال اربعة طرق لازاله اكسيد الحديد ب :الفصل الكهرو مغناطيسي, الطفو ,التبييض الكيمائي بديتيونيت الصويوم او ماء الجافيل و كذلك اختيار افضل طريقه

2- التكلس لانتاج الجير و تحقيق افضل النتائج بمساعده مخطط التجارب

اقترحنا ثلاثة مخططات تكنولوجيه:

- التحضير الميكانيكي مع الفصل الكهرومغناطيسي
- التحضير الميكانيكي مع باختيار مفاعل كيميائي
- التحضير الميكانيكي مع بعملية التكلس

الكلمات المفتاح

فحمت الكالسيوم، أكسيد الحديد، الفصل الكهرومغناطيسي، الطفو، درجة البياض، التبييض الكيمائي، ديتيونيت الصوديوم، ماء جافيل، التكلس، مخطط التجارب

Summary:

In this project, we are trying with the ORGM, on the proposal of the ENG Company, to improve the quality and rise the bleaching index (whiteness) of the calcium carbonate of mineral deposit of Djebel El Madjène for its use in chemical industry (calcium carbonate and lime). We are divide our work in two parties:

- 1- Improvement quality the bleaching index, We are use four methods different for elimination of iron oxide: magnetic separation, flotation, chemical whitening with sodium dithionite or with bleach, and choose the best method;
- 2- The calcinations for production of lime and optimize these results by experience plan.

As recommendation, we propose three technologic schemes:

- Mechanic preparation with magnetic separation;
- Mechanic preparation with attrition with choice one of tow reactive ;
- Mechanic preparation with calcination (application experience plan)

Key words: calcium carbonate, iron oxide, magnetic separation, flotation, chemical whiteness, sodium dithionite, bleach, bleaching index, calcinations, experience plan.

Résumé:

Dans le cadre de ce projet, nous avons essayé avec l'ORGM, à la demande de l'ENG, d'améliorer la qualité de l'indice de blancheur du carbonate de calcium du gisement de Djebel El Madjène suivant son utilisation dans l'industrie chimique (carbonate de calcium et chaux). Nous avons scindé notre travail en deux parties :

- 1- Amélioration du degré de blancheur, nous avons utilisé quatre méthodes différentes d'élimination de l'oxyde de fer : La séparation magnétique, la flottation, le blanchiment chimique par dithionite de sodium ou par l'hypochlorite de sodium, et ainsi de choisir la meilleure méthode ;
- 2- La calcination pour produire la chaux et optimiser ces résultats à l'aide du plan d'expérience.

Comme recommandation, nous proposons trois schémas technologiques :

- Préparation mécanique avec séparation magnétique ;
- Préparation mécanique avec attrition avec choix d'un des deux réactifs ;
- Préparation mécanique avec calcination (application d'un plan d'expérience)

Les mots clés : carbonate de calcium, oxyde de fer, séparation magnétique, flottation, blanchiment chimique, dithionite de sodium, hypochlorite de sodium, indice de blancheur, calcination, plan d'expérience

Sommaire

Introduction générale	1
Partie théorique	
Chapitre I	
Généralités sur le carbonate de calcium	
I- Carbonate de calcium	4
I.1-Définition.....	4
I.2-Etat naturel.....	4
I.3- Contexte géologique	4
I.4-Description.....	5
I.5-Caractéristiques.....	5
I.6-Domaine d'application du carbonate de calcium.....	5
I.6.1-Critères physiques et chimiques.....	6
I.6.2-Les exigences des principaux utilisateurs.....	6
I.7-Production de carbonates de calcium.....	8
I.7.1-Le marché algérien (national)	8
I.7.2-Le marché international	8
II- Indice de blancheur	9
II.1-Définition et mesure de la blancheur	9
II.2- Les paramètres influant sur la blancheur	10
II.3-Les critères de blancheur selon l'utilisation du carbonate de calcium.....	11
II.3.1-Fabrication du papier.....	11
II.3.2-Utilisation dans les plastiques et les caoutchoucs.....	11
II.3.3-Mastics.....	11
II.3-4-Les peintures.....	11
III-Oxyde de calcium	12
III.1-Définition.....	12
III.2Différents types de chaux.....	12
III.3-Utilisation de la chaux.....	13

Chapitre II
Méthodes d'enrichissement
Partie I : Aspect minéralurgique

Introduction	16
I-Préparation mécanique du minerai	16
I.1-Concassage.....	16
I.1.1- Définition.....	16
I.1.2- Modes de concassage.....	16
I.1.3- Degré de concassage et nombre d'étages.....	17
I.1.4- Types de concasseurs et leur principe de fonctionnement	17
I.1.4.1- Appareils opérant par écrasement.....	18
I.1.4.1.a- Concasseurs giratoires ou concasseurs à cône	18
I.1.4.1.b- Concasseurs à mâchoires	18
I.1.4.1.c- Concasseurs à rotors dentés	18
I.1.4.2- Appareils opérant par choc	19
I.1.4.2.a- Concasseurs à percuteurs rigides, à axe horizontal	19
I.1.4.2.b- Concasseurs à percuteurs articulés, à axe horizontal.....	19
I.1.5. Critères de choix d'un appareil ou d'une chaîne d'appareils	19
I.2- Criblage	19
I.2.1-Définition.....	19
I.2.2-Modes de crible	20
I.2.3- Les facteurs principaux intervenant dans le criblage	20
II.METHODES DE TRAITEMENT DU MINERAL	21
II.1-Enrichissement électromagnétique.....	21
II.2.1-Principe.....	21
II.2.3- Classification des séparateurs.....	21
II.3-Enrichissement par flottation.....	22
II.3.1- Principes physico-chimiques	23
II.3.2.a- Tension superficielle	23

II.3.2.b- Interface air-solide.....	23
II.3.3- Préparation de la pulpe	25
II.3.4- Réactifs chimiques	25
II.3.4.a- Les collecteurs.....	25
II.3.4.b- Les moussants.....	27
II.3.4.c- Les régulateurs.....	28
II.3.4.d- Le pH	28
II.3.4.e- Le potentiel Redox	28
II.3.5- Flottation des minerais sulfurés	28
II.3.6- Flottation des minerais oxydés	29
II.3.7- Les principaux équipements de flottation	29
II.3.7.a- Les cellules de flottation.....	29
II.3.7.b- Les colonnes de flottation	30
Partie II : Aspect métallurgique	
I. La lixiviation.....	30
I.1-Définition.....	30
I.2-Les principes de lixiviation.....	31
I.3-Les conditions opératoires.....	31
I.4-Les modes de lixiviation.....	31
I.4.1- Lixiviation par agitation.....	31
I.4.2- Lixiviation en tas	31
II. Calcination	32
II.1-Définition.....	32
II.2-Réactions chimiques et physiques.....	32
II.3-Les conditions capitales de chauffage	32
II.4-Perte au feu.....	32

Partie pratique
Chapitre III
Identification du gisement du Djebel El Madjène

I-Introduction	35
II-Situation géographique du gisement	35
II.1-Localisation	35
II.2-Réseau hydrographique, géomorphologie et végétation	36
II-3-Climat	36
III- CADRE GEOLOGIQUE DE GISEMENT	36
III.1-Géologie régionale	36
III-2- Stratigraphie	36
III-3-Tectonique	39
III.4-Géologie locale.....	40
Chapitre IV	
Identification du minerai du carbonate de calcium	
I-Echantillonnage	42
II- Etude minéralogique et pétrographique	43
II.1-Etude de lame mince.....	43
II.2-Etude de la section polie.....	43
III-Les paramètres physico-mécaniques du minerai TC1	44
III.1- Calcul du taux d'humidité.....	44
III.2- Masse volumique absolue	44
III.3- Calcul de la porosité.....	44
III.4- Calcul de la dureté.....	44
IV-ANALYSES CHIMIQUES	44
IV.1-Par fluorescence X	44
IV.2-Par spectrométrie d'absorption atomique.....	45
V.DEGRE DE BLANCHEUR DU TOUT-VENANT	45
VI. ANALYSE GRANULOMETRIQUE	46
VI.1-Présentation des résultats.....	46
VI.2-Interprétation des résultats.....	49
VII. ANALYSE GRANULOCHIMIQUE	49
VII.1-Présentation des résultats.....	50
VII.2. Interprétation des résultats.....	54

Chapitre V	
Enrichissement du carbonate de calcium	
Partie I : Amélioration de l'indice de blancheur du carbonate de calcium	
I-Enrichissement par séparation électromagnétique.....	56
I.1-Déroulement de l'expérience.....	56
I.2-Conditions opératoires.....	57
I.3-Présentation des résultats.....	57
I.4-Degré de blancheur des produits finaux après séparation électromagnétique.....	62
I.5-Interprétation des résultats.....	63
II. Enrichissement par attrition par réactif chimique.....	63
II.1-Déroulement de l'expérience.....	63
II.2-Les conditions opératoires.....	63
II.3-Présentation des résultats	64
II.4-Interprétation des résultats.....	66
III.ENRICHISSEMENT PAR FLOTTATION.....	67
III.1-Etude de broyabilité.....	67
III.2-Procédure expérimentale de la flottation.....	68
III.3-Régime de flottation.....	68
III.4-Présentation des résultats.....	68
III.5-Interprétation des résultats.....	70
PARTIE II : ESSAIS DE PRODUCTION DE LA CHAUX.....	71
I. Introduction.....	71
II. Déroulement de l'expérience.....	71
III. Présentation des résultats.....	73
III.1-Calcination du tout-venant.....	73
III.2-calcination des deux classes.....	73
IV. Interprétation des résultats.....	77

Chapitre VI
Plan d'expérience

Introduction.....	79
--------------------------	-----------

I-Notions essentielles dans le plan d'expérience.....	79
I.1-Notion d'espace expérimental.....	79
I.2- Notion de surface de réponse.....	81
I.3- Notion de modélisation mathématique.....	81
II. Plan d'expérience de second degré.....	82
II.1- Objectif	82
II.2- Les Types.....	82
II.3- Les éléments d'un plan composite.....	82
III. Application de plan d'expérience sur la calcination du CaCO₃	84
III.1-Analyse des résultats par « Statistica 5.5 ».....	84
III.2-Interprétation des résultats.....	87
Conclusion générale.....	89
Bibliographie.....	94
Annexes.....	96

Liste des figures

Figure I.1 : Les différentes roches de carbonate de calcium.....	4
Figure I.2 : Schéma de différentes utilisations du carbonate de calcium.....	7
Figure I.3 : Evaluation de la production de carbonate de calcium par l'ENG.....	8
Figure I.4 : L'échelle de degré de blancheur (ISO brightness).....	10
Figure I.5 : Cycle de carbonate de calcium.....	14
Figure II.1 : Modes du concassage	17
Figure II.2 : Concasseur giratoire.....	18
Figure II.3 : Concasseur à mâchoires à simple effet.....	18
Figure II.4 : Concasseur à percuteurs rigides.....	19
Figure II.5 : Schéma de classification	20
Figure II.6 : Cycle fermé avec crible de contrôle.....	20
Figure II.7 : Principe de la séparation à sec sous haute et basse intensité.....	22
Figure II.8 : Principe du champ du haut gradient.....	22
Figure II.9 : Fixation des particules à surface hydrophobe aux bulles d'air.....	23
Figure II.10 : Angle de contact entre une bulle et une particule solide dans un milieu aqueux.....	24
Figure II.11 : Classification des collecteurs.....	25
Figure II.12 : Mode d'action d'un collecteur.....	25
Figure II.13 : Mode d'action d'un moussant.....	27
Figure II.14 : structure du MIBC.....	27
Figure II.15 : Cellule de flottation	29
Figure II.16 : Colonne de flottation.....	30
Figure III.1 : Situation de Djebel El Madjène (extrait du fond topographique à 1/50000 d'El Khroub).....	35
Figure III.2: Situation de Djebel El Madjène (extrait du fond topographique à 1/50000 d'El Khroub).....	40
Figure IV.1 : Schéma de préparation mécanique de minerai du carbonate de calcium.....	42
Figure IV.2 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), échantillon TC1.....	46

Figure IV.3 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), échantillon TC2.....	47
Figure IV.4 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), échantillon TC3.....	48
Figure IV.5 : Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), échantillon TC4.....	49
Figure IV.6 : Histogramme de la répartition de teneur en Fe ₂ O ₃ des classes granulométriques l'échantillon TC1.....	51
Figure IV.7 : Histogramme de la répartition de teneur en Fe ₂ O ₃ des classes granulométriques l'échantillon TC2.....	52
Figure IV.8: Histogramme de la répartition de teneur en Fe ₂ O ₃ des classes granulométriques l'échantillon TC3.....	53
Figure IV.9 : Histogramme de la répartition de teneur en Fe ₂ O ₃ des classes granulométriques l'échantillon TC4.....	54
Figure V.1 : Schéma de préparation des échantillons de carbonate de calcium pour enrichissement par séparation électromagnétique.....	56.
Figure V.2 : Histogramme de répartition de Fe ₂ O ₃ %, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC1 sous différentes intensités (FNM).....	58
Figure V.3 : Histogramme de répartition de Fe ₂ O ₃ %, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC2 sous différentes intensités (FNM).....	59
Figure V.4 : Figure V.4 : Histogramme de répartition de Fe ₂ O ₃ %, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC3 sous différentes intensités (FNM)	60
Figure V.5 : Histogramme de répartition de Fe ₂ O ₃ %, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC4 sous différentes intensités (FNM).....	61
Figure V.6 : Histogramme, portant sur la variation de degré de blancheur, en fonction la concentration en dithionite de sodium des quatre échantillons de carbonate de calcium.....	64
Figure V.7 : Histogramme, portant sur la variation de degré de blancheur, en fonction la concentration de l'eau de javel des quatre échantillons de carbonate de calcium	65
Figure V.8 : Variation de la quantité de la classe [-74 µm], en fonction des temps de broyage	66
Figure V.9 : Schéma de flottation.....	67
Figure V.10 : Histogramme sur la variation de degré de blancheur en fonction de temps de flottation de l'échantillon (TC1) de carbonate de calcium.....	68
Figure V.11 : Histogramme sur la variation de degré de blancheur en fonction de la quantité de collecteur, lors de flottation de l'échantillon (TC1) du carbonate de calcium.....	69

Figure V.12 : Schéma de Préparation des échantillons de carbonate de calcium pour le traitement par calcination	71
Figure V.13 : Histogramme sur le degré de blancheur des différents échantillons, en fonction du temps de calcination.....	72
Figure V.14 : Histogramme sur la répartition de teneur de CaO sur les quatre échantillons, dans la classe (-0.5+1.0), du minerai de carbonate de calcium, après calcination.....	75
Figure V.15 : Histogramme sur la répartition de teneur de CaO sur les quatre échantillons, dans la classe (-0.1+0.5), du minerai de carbonate de calcium, après calcination.....	75
Figure VI.1 : Domaine de variation d'un facteur.....	78
Figure VI.2 : Domaine de variation de deux facteurs	79
Figure VI.3 : Présentation d'un point expérimental dans l'espace expérimental	79
Figure VI.4 : Présentation des points expérimentaux dans le domaine d'étude.....	79
Figure VI.5 : La surface de réponse.....	80
Figure VI.6 : Plan composite pour l'étude de deux facteurs.....	82
Figure VI.7 : Diagramme de Pareto pour la teneur en CaO.....	84
Figure VI.8 : Surface de réponse pour la teneur en CaO.....	85
Figure VI.9 : Valeurs prévues en fonction des valeurs observées.....	86

Liste de tableaux

Tableau I.1 : Critères chimiques exigés selon les utilisations pour calcaires.....	7
Tableau I.2 : L'utilisation de la chaux (Source : Union des Producteurs de Chaux et USGS).....	13
Tableau IV.1 : Résultats de répartition des minéraux du carbonate de calcium par lame mince.....	43
Tableau IV.2 : Résultats de répartition des minéraux du carbonate de calcium par section polie.....	43
Tableau IV.3: Résultats des analyses chimiques du tout-venant de carbonate de calcium (TC1, TC2, TC3 et TC4) par fluorescence X.....	45
Tableau IV.4 : Résultats des analyses chimiques du tout-venant de carbonate de calcium (TC1, TC2, TC3 et TC4) par l'absorption atomique.....	45
Tableau IV.5 : Résultats du degré de blancheur du tout-venant de carbonate de calcium (TC1, TC2, TC3, TC4).....	45
Tableau IV.6: Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC1) de carbonate de calcium....	46
Tableau IV.7 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC2) de carbonate de calcium...	47
Tableau IV.8 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC3) de carbonate de calcium...	48
Tableau IV.9 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC4) de carbonate de calcium...	49
Tableau IV.10 : Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC1) de carbonate de calcium...	50
Tableau IV.11 : Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC2) de carbonate de calcium...	51
Tableau IV.12 : Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC3) de carbonate de calcium...	52
Tableau IV.13: Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC4) de carbonate de calcium...	53
Tableau V.1 : Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon 1).....	58
Tableau V.2 : Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon 2).....	59
Tableau V.3: Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon 3).....	60
Tableau V.4 : Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon 4).....	61

Tableau V.5: Degré de blancheur après séparation électromagnétique.....	62
Tableau V.6: Degré de blancheur, après attrition par la dithionite de sodium des échantillons de carbonate de calcium TC1, TC2, TC3 et TC4 sous différentes concentrations.....	63
Tableau V.7 : Degré de blancheur après attrition par l'eau de javel des échantillons de carbonate de calcium TC1, TC2, TC3 et TC4 sous différentes concentrations.....	64
Tableau V.8 : Variation de la quantité de la classe [-74 μ m], en fonction des temps de broyage.....	66
Tableau V.9 : Schéma quantitatif des réactifs utilisés en flottation.....	67
Tableau V.10 : Schéma de variation du degré de blancheur en fonction de temps de flottation de l'échantillon TC1 de carbonate de calcium.....	68
Tableau V.11 : Variation de degré de blancheur après en fonction de quantité de collecteur de l'échantillon TC1 de carbonate de calcium.....	68
Tableau V.12: Le degré de blancheur des différents échantillons en fonction de temps de calcination..	72
Tableau V.13 : Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux, après calcination (Echantillon TC1).....	73
Tableau V.4: Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux, après calcination (Echantillon TC2).....	73
Tableau V.15: Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux, après calcination (Echantillon TC3).....	74
Tableau V.16: Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux, après calcination (Echantillon TC4).....	74
Tableau VI.1: Plan composite pour deux facteurs.....	83
Tableau VI.2: Variation de facteur du plan d'expérience en fonction du temps et de la classe granulométrique.....	85

INTRODUCTION

Introduction générale

INTRODUCTION

Le carbonate de calcium constitue la matière première principale dans plusieurs applications. En fonction de la qualité du minerai et des exigences techniques, le carbonate de calcium est utilisé comme charge ou comme matière de base.

D'une manière générale, les utilisateurs nationaux, particulièrement les opérateurs du secteur public (créneau porteur), exigent un carbonate de calcium d'une teneur minimale de 95% en CaCO_3 , d'une blancheur variant entre 80% et 98% (selon les utilisations), un taux d'humidité variable selon les utilisations et une granulométrie inférieure à 74μ .

Le site de Djebel El Madjène est constitué de calcaires compacts, dont la composition chimique a répondu aux attentes de l'E.N.G (Entreprise Nationale de Granulats) pour les carbonates de calcium et la chaux, mais le degré de blancheur est variable, la moyenne étant de 77%. Elle nécessite un enrichissement pour son utilisation dans l'industrie chimique.

Le travail, que nous nous sommes proposés d'entreprendre, dans le cadre de ce projet, a consisté à :

- Réaliser une étude d'amélioration du degré de blancheur du carbonate de calcium du gisement de Djebel El Madjène ;
- Voir si ce minerai s'adapte bien à la concentration physique et chimique, en développant de manière rationnelle les points suivants :
 - Identification du minerai : toutes les études expérimentales mises en pratique, permettant la reconnaissance de ce minerai (concassage, classification, analyse chimique, étude minéralogique et pétrographique, paramètres physico-mécaniques, analyse du degré de blancheur, analyse granulométrique, analyse granulochimique) ;
 - Essais d'amélioration du degré de blancheur du minerai: nous avons effectué trois procédés différents : séparation électromagnétique, flottation et blanchiment chimique par dithionite de sodium et l'hypochlorite de sodium ;
 - Essais de calcination pour produire la chaux, suivis d'une projection des valeurs obtenues sur le plan d'expérience, afin de les optimiser.

Finalement, une étude comparative devrait permettre d'élaborer des schémas de traitement du minerai du carbonate de calcium pour toutes ses utilisations dans l'industrie chimique, et ce, au vu des résultats expérimentaux obtenus. A ce moment, nous sommes arrivés à répondre aux attentes de l'ENG (Entreprise Nationale des Granulats).

PARTIE THÉORIQUE

CHAPITRE I GÉNÉRALITÉS
SUR LE CARBONATE DE
CALCIUM

I- CARBONATE DE CALCIUM [2]

I.1-Définition

- Nom Chimique : carbonate de calcium.
- Formule : CaCO_3
- Poids Moléculaire : 100,09 g/mole
- Forme Cristalline : Calcite rhomboédrique.
- Teneurs moyennes de l'écorce terrestre : 4% en Ca, 7% en CaCO_3 .

I.2-Etat naturel [1], [2], [15], [16]

Le calcium est surtout présent dans la nature sous forme carbonatée, CaCO_3 , principalement sous forme de calcite ou d'aragonite, dans des roches calcaires (qui par définition, contiennent plus de 50 % de CaCO_3), des dolomies, contenant de la dolomite, $(\text{Ca, Mg})\text{CO}_3$, des marnes, contenant de la calcite et de l'argile. Les principaux autres composés naturels du calcium sont: le sulfate de calcium (gypse), principalement utilisé dans la fabrication du plâtre, le phosphate de calcium, principalement utilisé par l'industrie des engrais et le calcium. Tous sont traités dans les chapitres correspondants.

Calcaires particuliers : craie (contenant de 90 à 98 % de CaCO_3), castine (fondant utilisé en sidérurgie, métallurgie, verreries...), stalactites, stalagmites, marbre (formé par transformation métamorphique du calcaire)...

Les dépôts de calcaire abondent presque partout dans le monde, où ils représentent 20 % des roches sédimentaires. Le calcaire est extrait, généralement, à ciel ouvert

I.3- Contexte géologique [1], [2], [15], [16]

Les carbonates de calcium utilisés, comme charge, sont généralement obtenus par broyage de roches naturelles par ordre de blancheur croissante tels que les craies, les calcaires et les marbres.



craie



calcaire



marbre

Figure I.1- Les différentes roches de carbonate de calcium

Un certain nombre d'impuretés peuvent affecter les caractéristiques physiques ou chimiques de ces calcaires, tel que:

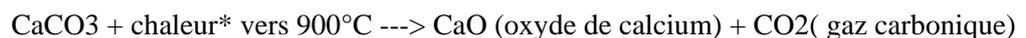
- le carbonate de magnésium (dans les calcaires dolomitiques) ;
- les argiles (calcaires marneux) ;
- le quartz (calcaires gréseux) ;
- la silice (cherts ou silex) ;
- les matières organiques (colorations brunes ou grises) ;
- les oxydes et sulfures.

I.4-Description

C'est une poudre fine, blanche, microcristalline, inodore et insipide. Elle est pratiquement insoluble dans l'eau (14mg/l à 25°C, 18mg/l à 75°C) et l'alcool. La présence de sel d'ammonium ou de dioxyde de carbone augmente la solubilité dans l'eau, et, la présence d'hydroxyde alcalin la diminue.

I.5-Caractéristiques

- ❖ PH : 9 dans une solution diluée à 10% ;
- ❖ La dissociation du carbonate de calcium ou décarbonatation, sous l'effet de la chaleur se pratique environ vers 900°C ; il faut environ 396 Kcal/kg de CaCO₃



- ❖ Stabilité du produit: produit stable dans les conditions normales d'utilisation et de stockage ;
- ❖ Produits non toxiques ;
- ❖ Produits non dangereux pour l'environnement ;
- ❖ Condition de Stockage: Stocker à l'abri de l'humidité et assurer une bonne ventilation du local ;
- ❖ Masse volumique absolue : MVA (kg/m³) = 2.7 ;
- ❖ Module de déformation : E= 80000 MPa.

Les caractéristiques des carbonates de calcium utilisés, comme charges minérales, dépendent essentiellement de l'utilisation visée :

- Les charges, grossières (20 à 45µm), sont utilisées en raison de leur densité et de leur prix peu élevé (moquettes) ;
- les charges, de granulométrie moyenne (10 à 20µm), contribuent à l'augmentation de la blancheur et à réduire les prix (mastics, adhésifs) ;
- les charges fines (3 à 10µm) et ultrafines (0.5 à 2µm), permettent d'améliorer les résistances techniques et électriques, la densité, la couleur et l'opacité, ou de résoudre certains problèmes de fabrication (papier, plastiques, peintures).

I.6-Domaine d'application du carbonate de calcium [11], [15],[16]

Le carbonate de calcium constitue la matière première principale dans plusieurs applications. En fonction de la qualité du minerai et des exigences techniques, le carbonate de calcium est utilisé comme charge ou comme matière de base.

I.6.1-Critères physiques et chimiques

Les principaux critères physico-chimiques pour un carbonate de calcium de qualité sont sa teneur en CaCO₃, ses teneurs limites en éléments nuisibles, son degré de blancheur, sa granulométrie et son taux d'humidité. Selon son degré d'élaboration, le carbonate de calcium est utilisé dans trois groupes d'activités, à savoir dans :

Les industries de transformation : En qualité de charge, il rentre dans la fabrication:

- Des aliments de bétail;
- De la peinture, des enduits, des mastics;
- Des poudres à récurer;
- Des caoutchoucs et plastiques;
- Du papier, des produits pharmaceutiques et cosmétiques ;
- De la chaux;
- Du carbonate de calcium précipité; (PCC) : CaCO₃ est également produit synthétiquement, en quantités nettement moins importantes, par précipitation du lait de chaux purifié, à l'aide de CO₂ (voir un schéma de production sur le site Solvay) selon, la réaction :
$$\text{Ca(OH)}_2 + \text{CO}_2 \longrightarrow \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$$
- La fabrication du ciment;
- Dans les alliages à base de titane.

L'industrie chimique : Le carbonate de calcium est utilisé comme matière de base pour la fabrication:

- du carbonate de soude ;
- du chlorure de calcium ;
- de la soude.

L'Agriculture :

- Pour l'amendement des sols acides;
- La fabrication des engrais (cyanamide).

I.6.2-Les exigences des principaux utilisateurs

D'une manière générale, les utilisateurs nationaux, particulièrement les opérateurs du secteur public exigent un carbonate de calcium d'une teneur minimum de 95% de CaCO₃, d'une blancheur variant entre 80% et 98% (selon les utilisations), un taux d'humidité variable selon les utilisations et une granulométrie inférieure à 74 µ.

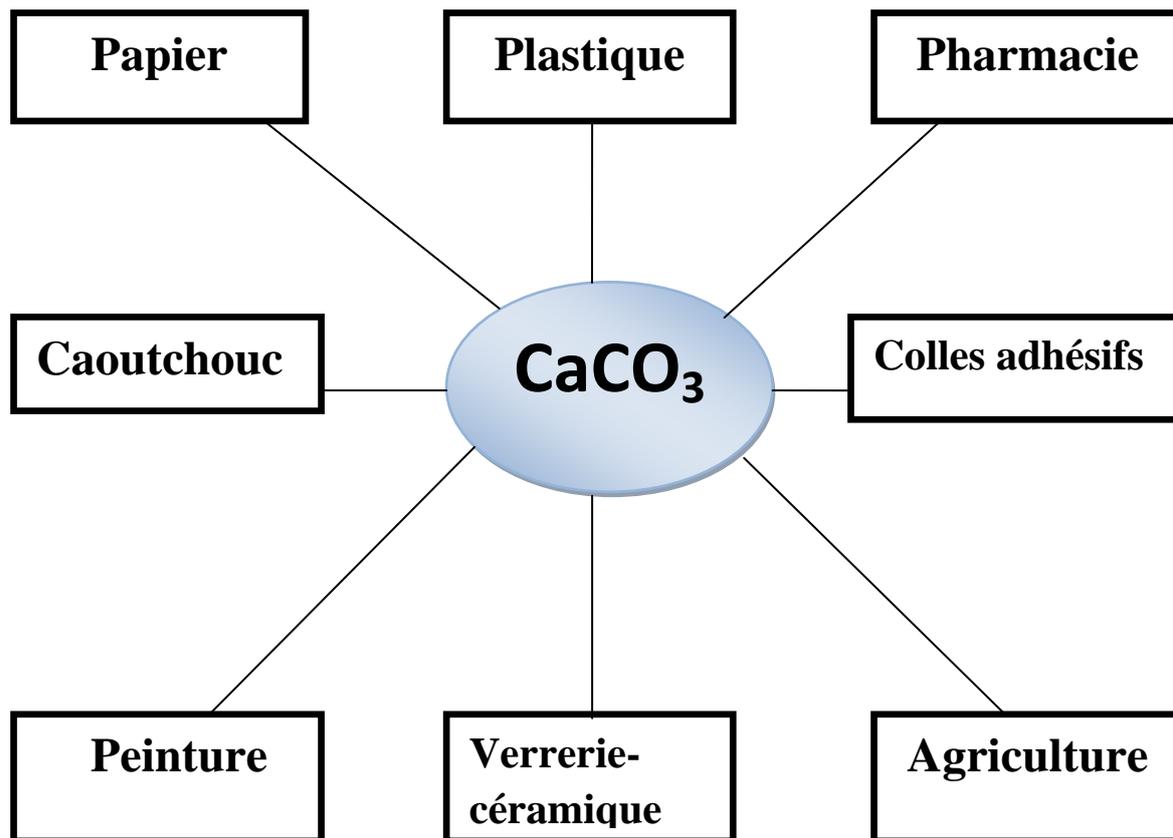


Figure I.2 -Schéma de différentes utilisations du carbonate de calcium

Destination	Eléments chimiques et leurs teneurs en %							
	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	S	P	K-Na-Zn-Pb-Cu
Sidérurgie	>51	<21	<1	<1	<6	<0.05	-	-
Chimie	>50	<1	<0.2	<0.3	-	<0.1	<0.01	-
charges	>55	-	<0.2	<0.2	-	-	-	-
Verrerie	>55	-	<0.7	<0.1	<0.3	-	-	-
Agriculture	>35	-	<1	<1	-	-	-	Pb<0.005 pour alimentation
Traitement des eaux et fumées	>51	<1.5	-	-	-	<0.1	-	-

Tableau I.1.Critères chimiques exigés selon les utilisations pour les calcaires (Normes AFNOR)

I.7-Production de carbonates de calcium

I.7.1-Le marché algérien (national)

L'offre nationale actuelle en carbonate de calcium émane, essentiellement, de deux entreprises du secteur minier : ENG et ENOF, avec des capacités de:

- 150 000 t/an pour l'Entreprise Nationale des Granulats (ENG),
- 20 000 t/an pour le groupe ENOF.

A titre d'indication, le carbonate de calcium est largement développé en Algérie et le potentiel le plus intéressant est localisé à l'Ouest avec les gisements de Béni Saf, M'said et Oggaz en exploitation et à l'Est dans la région d'El-Khroub et de nombreux gisements (M'Zaret El Maïze, Settas, Mazoula, Tegmert, Dj. Bergli, Kef El Ogueb, Aïn El Merdja, Koudiat Gemma, Oued Rarezel, Aïn Mokhtar, Kef Kellal, Kef Salah...)

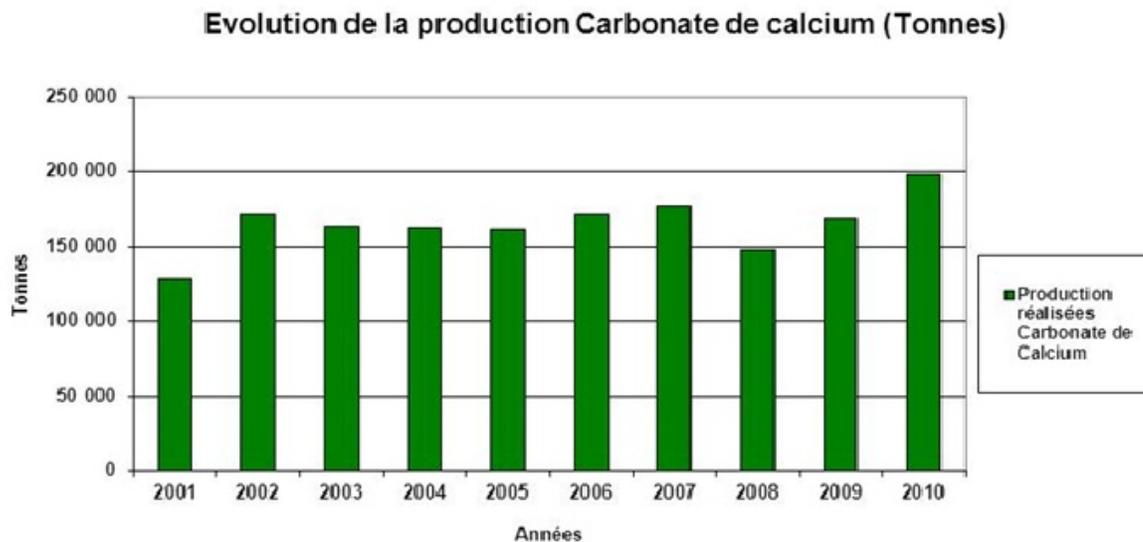


Figure I.3-Evolution de la production de carbonate de calcium par l'ENG

I.7.2-Le marché international

C'est, dans le monde, la 2^{ème} industrie extractive, en tonnages, après celle du sable et des graviers.

- **En France:** Premier producteur d'Europe, avec 2 500 000 t/an, la Société des Calcaire et Matériaux, avec 1 400 000 t/an, la Société des Chaux et Dolomies avec 750 000 t/an, la

Compagnie Industrielle et Minière avec 200 000 t/an et la Société Barana Wallers avec 100.000 t/an, en sont-les principaux producteurs.

- papier : 28% ;
 - verrerie-céramique 25%
 - alimentation animale 25%
 - plastiques 7%
 - caoutchouc-colles moquettes 7% ;
 - peintures 7%
-
- **En Italie**, sa production est de , produit 480 000 t/an. Les principaux producteurs sont la Société **FATMA** avec 360 000 t/an et la Minnerraria Marilina avec 120 000 t/an.
 - **En Espagne**, avec 230 000 t/an dont 80% alimente le marché espagnol, les sociétés REVERTI et CLARIANACAL en sont les principaux producteurs.
 - **En Grèce**, avec 100 000 t/an.
 - **Au Maroc**, avec 100 000 t/an

II -INDICE DE BLANCHEUR [2], [17], [11]

II.1-Définition et mesure de la blancheur

La blancheur se définit, comme étant le rapport exprimé en pourcentage de la radiation réfléchi par un corps sur celui réfléchi par un diffuseur contrôlé, réfléchissant parfaitement à une longueur d'onde effective avec un photomètre à réflectance photoélectrique.

Le corps diffuseur est un témoin reconnu par l'organisme International Standards Organisation (ISO). Le témoin adopté par C.E.I est un disque de sulfate de baryum.

Précédemment, la blancheur est mesurée par un photomètre à réflectance photoélectrique sur l'échelle Y, laquelle a été défini par la C.I.E en 1931 (Commission Internationale de L'Eclairage) où Y désigne le facteur d'éclat.

De nos jours, les fabricants de carbonate de calcium expriment leur blancheur sur l'échelle L.

Cet espace colorimétrique uniforme, recommandé par la C.I.E en 1976, a pour but de faire correspondre plus précisément à la vision humaine des couleurs et à la perception des différences de couleur.

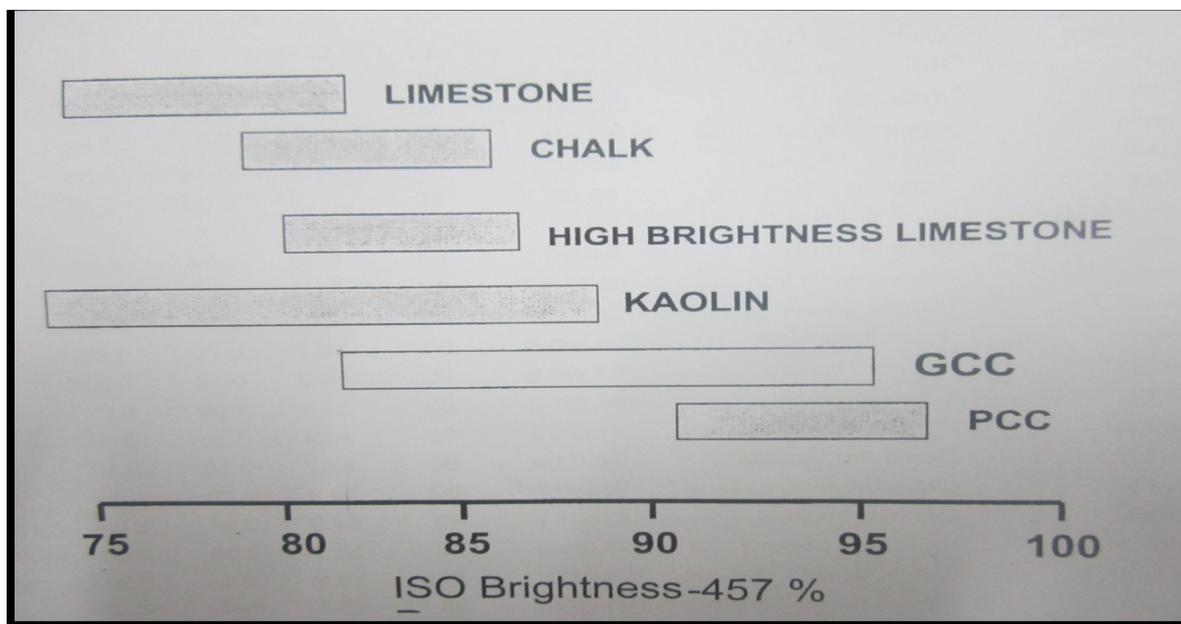
L'appareil de mesure, dit photomètre à réflectance photoélectrique, donne par simple lecture au choix et à la fois les deux lectures en L et en Y.

La blancheur en L est reliée à celle de Y par relation déduite de nos résultats : $L = 0.4415 Y + 56.308$

II.2- Les paramètres influant sur la blancheur

Le carbonate de calcium, qui n'est autre que de la roche calcaire à haut titre en CaCO_3 , est constitué essentiellement pour 99.9% de SiO_2 , d' Al_2O_3 , de Fe_2O_3 et de CaO . Les observations statistiques porteront donc sur ces quatre éléments :

- Fe_2O_3 : généralement un élément de coloration (hématite);
- SiO_2 , Al_2O_3 : sont des éléments d'abrasivité (quartz, corindon) ;
- CaO : élément dominant de la blancheur.



GCC : carbonates de calcium (entre 80% et 95%)

Figure I.4 : L'échelle de degré de blancheur (ISO brightness).

II.3- Les critères de blancheur selon l'utilisation du carbonate de calcium [16]

II.3.1- Fabrication du papier

Les charges minérales permettent d'améliorer l'imprimabilité du papier et de réduire son coût de fabrication. Le carbonate de calcium pulvérisé est utilisé, dans la masse du papier, pour remplir les interstices entre les fibres de cellulose.

Il est également utilisé pour le couchage du papier, ce qui correspond au dépôt à la surface du papier d'un mélange de charges minérales, de latex et d'eau. Globalement, la proportion de minéraux dans le papier varie de 15 à 30% et peut atteindre 40% dans des papiers de luxe.

Les spécifications recherchées sont :

	Charge	Couchage
blancheur (sur produit sec)	85 à 95%	1,5 à 3%
indice de jaune (jaunissement)	1,5 à 4,5%	1,5 à 3%
répartition granulométrique	86% < 2µm 1% < 10µm max	90 à 95% < 1µm 0,7 µm moyenne

II.3.2-Utilisation dans les plastiques et les caoutchoucs

La plupart des résines qui entrent dans la fabrication de ces produits ne sont pas utilisées à l'état pur, mais mélangées à d'autres matériaux, pour fabriquer des "compounds".

Le carbonate de calcium permet d'améliorer la finition de surface, de bien contrôler la fabrication du produit et d'augmenter sa résistance électrique. Afin d'améliorer le lien entre le plastique et sa charge, on utilise des carbonates traités le plus souvent à l'acide stéarique.

Les spécifications recherchées sont:

blancheur (sur produit sec)	85 à 90%
répartition granulométrique	99,5% < 44µm 10% < 1µm max 5 à 7 µm moyenne

II.3.3-Mastics

blancheur (sur produit sec)	85 à 95%
indice de jaune (jaunissement)	1,5 à 4,5
répartition granulométrique	97% < 25 µm 20 à 50% < 2 µm max 2 à 6 µm moyenne

II.3.4-Les peintures

Le carbonate de calcium permet de réduire la proportion d'oxyde de titane nécessaire. Il entre, en moyenne pour 10 à 35% (exceptionnellement 50%), dans la composition des peintures à solvant et surtout des peintures à dispersion aqueuse.

Les qualités spécifiques des carbonates pour les peintures sont :

- leur faible pouvoir d'absorption d'huile, ce qui permet d'augmenter la proportion de charge ;
- la blancheur généralement élevée ;
- la facilité de dispersion des pigments apportée par la craie, qui se mélange aisément au blanc de titane.

En revanche, ils présentent l'inconvénient d'être sensibles aux attaques chimiques. Les spécifications recherchées sont:

blancheur (sur produit sec)	85 à 95%
indice de jaune (jaunicité)	1,5 à 4,5
répartition granulométrique	97% < 25 µm
	20 à 50% < 2 µm
	2 à 6 µm

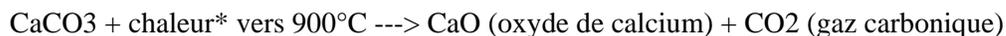
Pour les peintures haut de gamme, les carbonates de calcium utilisés subissent un traitement de surface à l'acide stéarique, qui leur confère les qualités suivantes:

blancheur (sur produit sec)	93 à 95%
indice de jaune (jaunicité)	1,5 à 4,5
répartition granulométrique	90% < 2 µm
	0,7 µm moyenne

III- OXYDE DE CALCIUM [15], [18]

III.1-Définition

L'oxyde (chaux vive) est obtenu par calcination du calcaire, entre 900 et 1400°C (une température basse donne une chaux plus réactive) dans différents types de fours rotatifs et verticaux



La chaux vive obtenue est un solide poreux, avec une porosité, pouvant varier de 25 à 55 %. Elle doit être stockée à l'abri de l'humidité et de l'air, car l'humidité atmosphérique donne de l'hydroxyde, qui, en présence de dioxyde de carbone atmosphérique, produit du carbonate et libère de l'eau qui éteint d'autant plus la chaux vive.

III.2-différents types de chaux

- Chaux grasses (> 90 % de CaO) : obtenues à partir de calcaire pur (> 95 % de CaCO₃), donnent de l'onctuosité aux mortiers, lorsqu'elles sont utilisées en construction.

- Chaux maigres : obtenues à partir de calcaire moins pur.

Utilisées en construction, ces chaux (appelées chaux aériennes) peuvent fixer le CO₂ de l'air, pour redonner du carbonate de calcium, selon la réaction :



- Chaux hydrauliques naturelles : obtenues à partir de calcaire, contenant jusqu'à 22 % d'argile qui, lors de la calcination donne des silicates et aluminates de calcium, faisant prise par hydratation, selon les mêmes réactions que la prise d'un ciment.

- Chaux magnésiennes (5 % < MgO < 34 %) ou dolomitiques (34 % < MgO < 41,6 %), obtenues à partir de calcaire magnésien ou de dolomie. Elles contiennent MgO ou Mg(OH)₂, après hydratation.

III.3-Utilisation de la chaux

Produit entièrement naturel, connu depuis fort longtemps, les chaux connaissent aujourd'hui un regain d'intérêt dans le bâtiment mais ont toujours connu un grand nombre d'utilisations :

- La sidérurgie ;
- le traitement des eaux et des fumées ;
- l'agriculture pour le traitement des sols en place ;
- la Métallurgie. Elle est également utilisée, lors de la lixiviation cyanurée des minerais d'or, afin de maintenir en permanence un pH basique ;
- la Chimie : utilisée en pétrochimie et pour produire le carbure de calcium, le carbonate de calcium précipité, l'hypochlorite de calcium, etc.
- l'Obtention de pH basiques, pour la flottation des minerais, le traitement des eaux...
- les Sucreries : permettant par floculation de précipiter les impuretés, en donnant des sels de Ca²⁺ insolubles. ;
- la Pâte à papier: pour régénérer la solution de soude et de sulfate de sodium, qui se transforme en carbonate de sodium, lors de la séparation de la cellulose

	France	Etats-Unis en 2011		France	Etats-Unis en 2011
Sidérurgie	36,5 %	24 %	Traitement de l'eau	9 %	11 %
Travaux publics	18 %	7 %	Bâtiment	4,5 %	2 %
Agriculture	12 %	0,3 %	Traitement des fumées	3 %	21 %
Industries diverses	10 %	24 %	-		-

Tableau I.2 : l'utilisation de la chaux (Source : Union des Producteurs de Chaux et USGS)

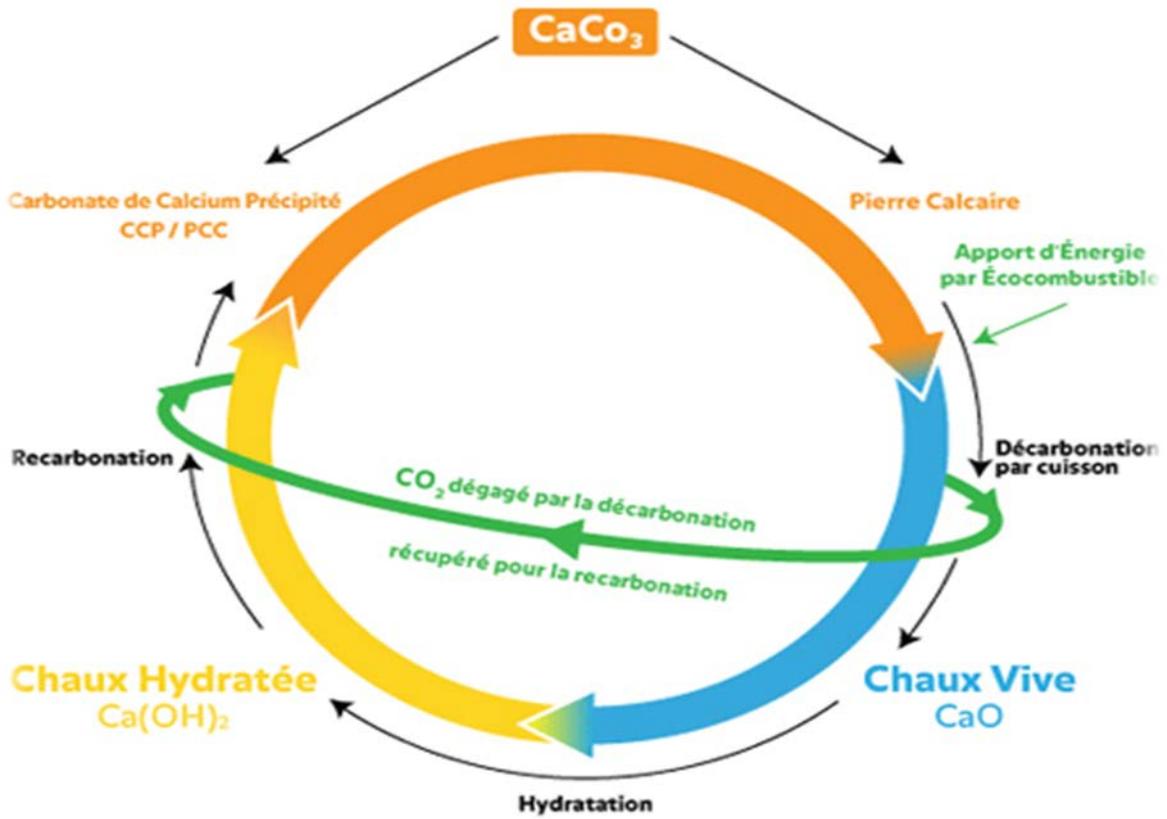


Figure I.5 -cycle de carbonates de calcium

CHAPITRE II MÉTHODES D'ENRICHISSEMENT

PARTIE I : ASPECT MINERALURGIQUE**INTRODUCTION**

La minéralurgie est l'ensemble des procédés de traitement qui se base sur les propriétés physiques de la matière tout en ayant pour objet l'obtention de produits directement utilisables par l'industrie ou transformables en métallurgie. Un procédé minéralurgique comporte grossièrement deux étapes successives :

- la préparation mécanique (fragmentation), composée d'un concassage éventuellement suivi d'un broyage ; ces opérations peuvent s'effectuer en plusieurs étapes, avec des criblages intermédiaires, visant selon le cas à éliminer une partie (stérile) du minerai ou à recycler vers l'amont les plus grosses particules ;

- la séparation proprement dite des phases minérales intéressantes et de la gangue (ou stérile) ; on peut utiliser des méthodes purement physiques (magnétiques, gravimétriques, optiques, électrostatiques, etc.), physico-chimiques (flottation, lixiviation, etc.), biochimiques (action de bactéries), ou chimique (grillage, solubilité).

I - PREPARATION MECANIQUE DU MINERAI [5], [7]

L'atelier de préparation mécanique, au niveau de toute industrie minière, occupe une place prépondérante dans le choix de procédés technologiques et d'équipements spécifiques. Cette préparation peut influencer à n'importe quel niveau de tout procédé, pouvant soit améliorer, soit diminuer le fonctionnement de tel ou tel type d'équipement primordial. Notons, que la préparation mécanique de minerai est un procédé d'enrichissement physique, permettant d'extraire, au vu d'analyses diverses (minéralogique, pétrographique, chimiques et autres), et de libérer le ou les minéraux utiles du minerai, en les concentrant dans des classes granulométriques, favorables à des traitements ultérieurs, on obtient alors soit un concentré, soit un métal ou autre. Cet atelier fait appel à des opérations de concassage, de broyage et de classification directe ou indirecte.

I.1-Concassage**I.1.1- Définition**

La fragmentation d'un solide s'opère sous l'action d'un champ de contrainte tridimensionnel non homogène généré par des forces en contact. Le concassage est une opération particulière dans l'ensemble des opérations de fragmentation. Il commence à un stade précoce de la réduction dimensionnelle, pour faciliter la manutention, l'homogénéisation et le stockage des matériaux.

Le concassage est une opération de réduction du tout-venant, extrait de la mine ou de la carrière, jusqu'à une dimension de l'ordre de quelques centimètres.

I.1.2- Modes de concassage

Pour réaliser le concassage, on utilise des appareils de plusieurs types, dans lesquels les procédés vaincraient les forces de cohésion des particules à l'intérieur des morceaux de minerai, qui s'effectuent par :

1. Ecrasement (compression) (A)
2. Trituration (B)
3. choc(C)
4. Clivage (D)

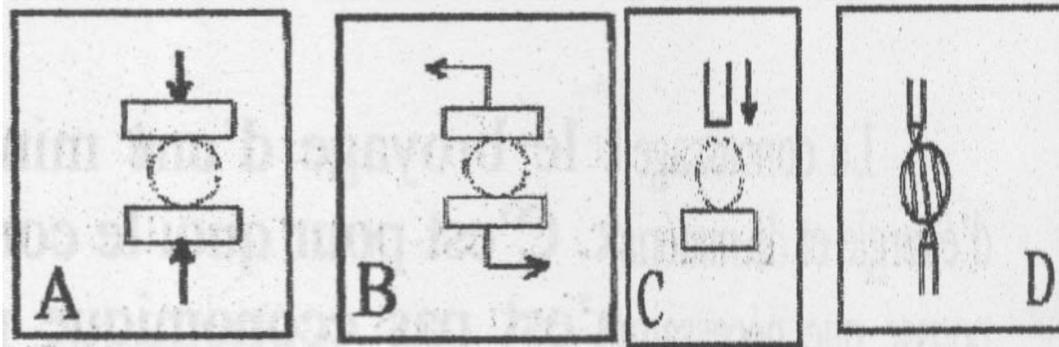


Figure II.1-modes du concassage

I.1.3- Degré de concassage et le nombre d'étages

Le processus de concassage est caractérisé par le degré de concassage ou degré de réduction. C'est le rapport des dimensions du minerai avant et après concassage. Ce rapport de réduction est une caractéristique quantitative du processus, indiquant, de combien de fois le produit concassé a été réduit. Le degré de concassage est déterminé à l'aide de formules, à savoir :

$$i = \frac{D_{max}}{d_{max}} \quad , \quad i = \frac{D_{moy}}{d_{moy}} \quad , \quad i = D_{80}/d_{80}$$

D_{80} : est la dimension des ouvertures carrées d'un tamis, à travers lesquelles passent 80% du produit initial.

d_{80} : est la dimension des ouvertures carrées d'un tamis, à travers lesquelles passent 80% du produit concassé.

Pour déterminer le nombre d'étages, il faut se référer au degré de concassage (i) :

Si : $i = [4, 7] \rightarrow$ 1 seul étage

$i > 7 \rightarrow$ si $\sqrt{i} = [4, 7] \rightarrow$ deux étages

$\sqrt{i} > 7 \rightarrow$ si $\sqrt[3]{i} = [4, 7] \rightarrow$ trois étages

$\sqrt[3]{i} > 7 \rightarrow$

Si $\sqrt[3]{i} = [4, 7] \rightarrow$ n étages.

I.1.4- Types de concasseurs et leur principe de fonctionnement

On distingue les types de concasseurs, selon, par exemple, leur fonction dans l'usine de production de granulats ; on a l'habitude de les classer selon leur mode d'action .La fragmentation met en œuvre trois actions : par compression, par impact et par attrition.

I.1.4.1- Appareils opérant par écrasement

I.1.4.1.a- Concasseurs giratoires ou concasseurs à cône

Les concasseurs giratoires (fig. II.2) représentent les appareils les plus répandus dans les diverses étapes de la préparation mécanique des minerais et des matériaux. Il existe deux familles distinctes de concasseurs giratoires : Les appareils à tête montée sur arbre guidé et porté et les appareils dits « à tête en porte-à-faux ».

Les appareils, à tête montée sur arbre guidé, sont utilisés dans toutes les applications primaires, mais existent aussi en applications secondaires. Les appareils dits « à tête en porte-à-faux » sont utilisés à partir du stage de concassage secondaire et pour les applications tertiaires.

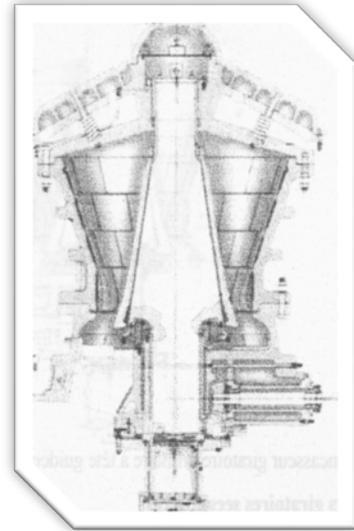


Figure II.2- Concasseur giratoire

I.1.4.1.b- Concasseurs à mâchoires (fig. II.3)

Dans ces appareils, le matériau est écrasé entre deux mâchoires verticales, l'une mobile et l'autre fixe. Le passage du matériau à travers l'appareil se fait par gravité. Pour résoudre certains problèmes particuliers, il existe également un autre système, faisant appel au concasseur horizontal. Les types les plus répandus de concasseurs à mâchoires verticales sont : le concasseur à simple effet (simple volet) et le concasseur à double effet (double volet). Mais actuellement dans l'industrie minière, seuls, sont utilisés les concasseurs à simple effet, moins lourds (et donc moins chers) que les concasseurs à double effet.

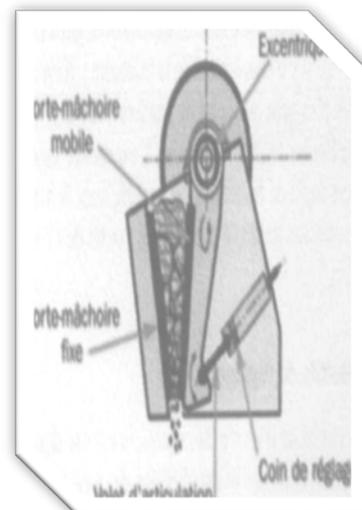


Figure II.3 - Concasseur à mâchoires à simple effet

I.1.4.1.c- Concasseurs à rotors dentés

Les Concasseurs à rotors dentés sont des appareils à double (ou triple) rotors, munis de divers organes coupants ; ils sont utilisés pour des matériaux tendres ou collants. Depuis une, ce concept du double rotor a été repensé et développé par la société britannique MMD (Mining Machinery Development). Il en résulte le développement d'un type un peu particulier de concasseur (pour le concassage grossier et moyen, principalement) compact, à profil bas, facilement intégrable dans les installations mobiles, capables de fournir de très gros débits et convenant, en particulier, à des matériaux humides collants.

Le principe de base repose sur le fait que la résistance à la compression d'une roche soit de 8 à 10 fois plus importante que sa résistance à la tension. Le système MMD exploite donc la faiblesse inhérente de la roche au cisaillement, en utilisant les plans de fracture naturels pour fragmenter les matériaux à une taille prédéterminée

I.1.4.2- Appareils opérant par choc

I.1.4.2.a- Concasseurs à percuteurs rigides à axe horizontal

Ils sont constitués d'un rotor cylindrique, à vitesse variable, muni de percuteur d'un bâti avec des plaques de choc. On constitue un, deux ou trois écrans réglables position, en fonction du nombre d'étages de concassage recherché et du coefficient réduction. Tous les paramètres de ces appareils sont réglables à distance, permettant leur intégration dans un ensemble automatisé. Ils ne possèdent pas de grille de sortie

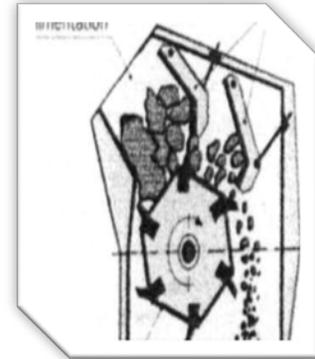


Figure II.4- Concasseur à percuteurs rigides

I.1.4.2.b- Concasseurs à percuteurs articulés, à axe horizontal

Le principe est le même que le concasseur à percussion à percuteurs rigides, sauf que la chambre de broyage est ouverte à la partie inférieure. L'avantage est l'absence de bourrage. L'inconvénient est le manque de contrôle granulométrique des matériaux sortant. Lorsqu'il est nécessaire d'effectuer un contrôle granulométrique des matériaux, par exemple, dans le cas de la production de produits fins, le fabricant place une grille galbée dans la partie inférieure. Le risque de bourrage apparaît et est atténué par le remplacement des percuteurs rigides par des percuteurs articulés.

I.1.5. Critères de choix d'un appareil ou d'une chaîne d'appareils

Ils sont de deux sortes :

* objectifs à atteindre :

- quantité à fragmenter ;
- dimensions ou degré de fragmentation à atteindre des divers produits, que l'on veut obtenir ;
- sélection des divers constituants.

* Nature et propriétés de la roche (des matériaux) traitée :

- nature pétrographique ;
- abrasivité et pourcentage des constituants les plus durs ;
- résistance mécanique et fragilité ;
- humidité et propreté ;
- dimension maximale des morceaux.

I.2- Criblage

I.2.1-Définition

On appelle criblage, un procédé de classement sur une surface tamisant de particules de différentes dimensions, en une ou plusieurs classes de grosseur.

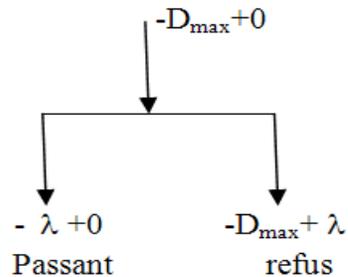


Figure II.5- schéma de classification

I.2.2-Modes de crible

On distingue les modes de criblage suivants :

- a- le criblage indépendant : il a pour but l'obtention d'un produit marchant ;
- b- le criblage préparatoire : généralement appliqué, quand on veut séparer les morceaux des minéraux, d'après des grosseurs définies en plusieurs classes pour un traitement ultérieur ;
- c- Le criblage préalable : employé pour la séparation des fines avant concassage, afin d'éviter de surcharger le concasseur initialement ;
- d- Le criblage de contrôle : il est utilisé dans le cas, nécessitant la séparation du matériau concassé à des blocs de minerai plus grand que l'ouverture de déchargement (fig. II-6);

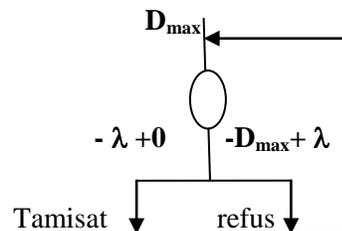


Figure II.6- cycle fermé avec crible de contrôle

- e- Le criblage sélectif : il a pour but le classement de minerai (minéraux utiles) par dimension des blocs concassés ;
- f- Le criblage d'égouttage : il est employé pour égoutter les produits d'enrichissement humide.

I.2.3- Les facteurs principaux intervenant dans le criblage

Un grand nombre de facteurs agit sur le procédé de passage des grains, à travers les ouvertures de tamis ; on peut citer :

- a- la dimension relative des grains et la maille du crible ;
- b- la vitesse du mouvement des grains sur la surface des tamis ;
- c- l'angle d'inclinaison du tamis ;
- d- l'influence de l'humidité sur la la capacité de criblage.

II.METHODES DE TRAITEMENT DU MINERAL

II.1-ENRICHISSEMENT ELECTROMAGNETIQUE [3], [8]

L'industrie minière et de recyclage emploie depuis de nombreuses années les techniques de séparation magnétique pour ses objectifs de concentration ou d'épuration. La séparation magnétique utilise la force engendrée par un système magnétique (aimant permanent, électroaimant, solénoïde) pour séparer des particules, présentant des propriétés magnétiques différentes.

II.2.1-Principe:

La séparation magnétique exploite les propriétés magnétiques des matériaux, afin d'effectuer leur séparation. La susceptibilité magnétique est la propriété d'un matériau, qui détermine son comportement dans un champ magnétique. À partir de cette propriété, les matériaux peuvent être divisés en trois classes. La première classe est composée des matériaux ferromagnétiques, dont la susceptibilité magnétique est très forte. La deuxième classe comporte des matériaux paramagnétiques, qui présentent une susceptibilité magnétique faible. La troisième classe est constituée des matériaux diamagnétiques, possédant une susceptibilité nulle. La séparation magnétique est accomplie par entraînement des matériaux susceptibles lors de leur passage à travers un champ magnétique Ce dernier peut être produit à l'aide d'un aimant permanent ou d'un électroaimant. L'utilisation des électroaimants comporte plusieurs avantages, dont la possibilité d'ajuster l'intensité du champ magnétique, en variant l'intensité du courant électrique.

La grosseur et la masse volumique des particules ou morceaux devant être séparés influencent le traitement. La séparation des grosses particules denses requiert un champ magnétique plus intense que la séparation des petites particules légères Il est essentiel de souligner que l'efficacité du procédé dépend du degré de libération ou de la pureté des matériaux à séparer.

Pour que la séparation magnétique ait lieu, il est nécessaire que la valeur de la force magnétique soit supérieure à la somme des forces antagonistes développées par le système et des forces inter particules

II.2.3- Classification des séparateurs

Plusieurs critères de classement peuvent être utilisés : l'intensité du champ magnétique, le milieu de séparation (eau ou air), le mode de fonctionnement (extraction ou déviation), le générateur de champ magnétique, etc. Les séparateurs magnétiques peuvent donc se classer en trois grandes familles:

- Les séparateurs à basse intensité (aimant permanent) ;
- les séparateurs à haute intensité (électroaimant ou aimant permanent en céramique) ;
- les séparateurs à haut gradient et/ou haut champ (solénoïde)

Chacune de ces familles est subdivisée en séparateurs travaillant en voie sèche ou en voie humide, les premiers étant réservés en général aux traitements de produits grossiers (granulométrie de l'ordre du centimètre à quelques millimètres), les seconds de produits plus fins: (granulométrie $<$ à 1 mm).

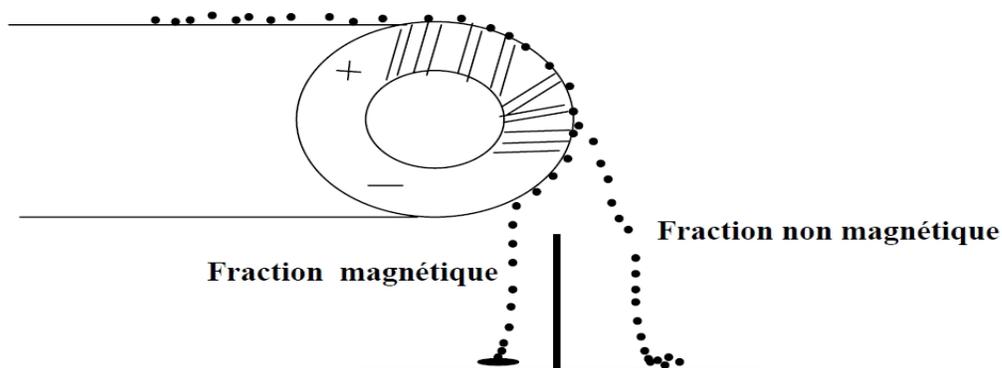


Figure II.7-Principe de séparation à sec à haute et basse intensité

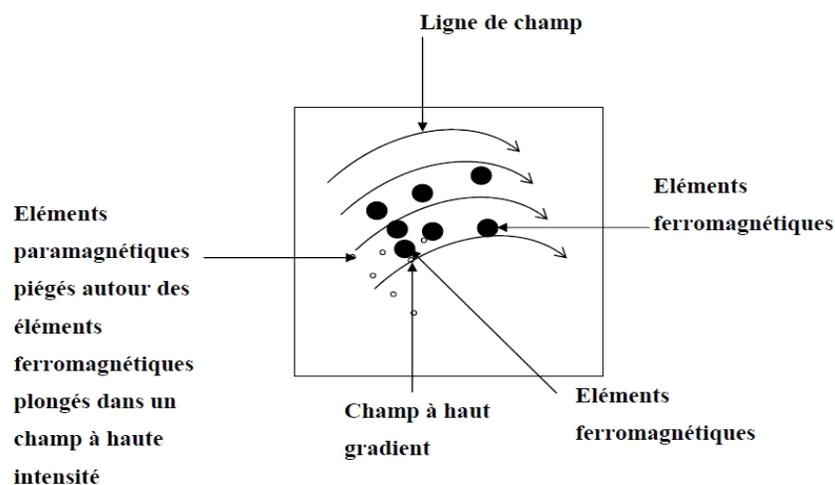


Figure II.8- Principe du champ à haut gradient

II.2-ENRICHISSEMENT PAR FLOTTATION [3], [7]

La flottation, d'un point de vue minéralurgique, est indubitablement le procédé de concentration le plus important et le plus versatile, vis-à-vis du traitement du minerai. Ce procédé, breveté en 1906, a permis d'exploiter de façon rentable des gisements pauvres, qui, autrement, n'auraient pu être rentabilisés. À titre d'exemple, mentionnons qu'il n'y a pas si longtemps encore, les rejets des procédés gravimétriques étaient souvent plus riches en minerais que les gisements actuels exploités par flottation. La flottation est un procédé très spécifique, permettant d'effectuer des séparations sur des gisements très complexes, en particulier des sulfures. D'un point de vue environnemental, mentionnons que la flottation peut être utilisée pour décontaminer des matériaux solides de contaminants organiques et/ou inorganiques. Dans les deux cas, l'ajout de différents produits chimiques est le plus souvent nécessaire. La théorie de la flottation fait essentiellement appel aux différences entre les propriétés physico-chimiques des surfaces des substances qui sont mises en contact.

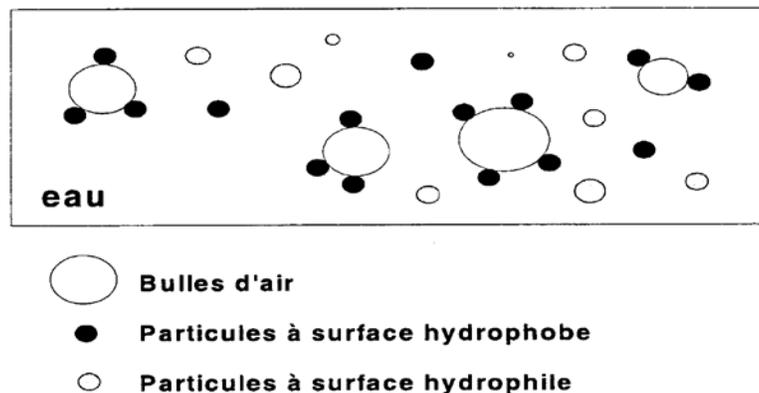


Figure II.9- Fixation des particules à surface hydrophobe aux bulles d'air

II.3.1- Principes physico-chimiques

II.3.2.a- Tension superficielle

D'un point de vue moléculaire, l'origine des propriétés particulières des surfaces vient du fait qu'une molécule située à la surface d'un volume quelconque est entourée de moins de molécules qu'une seule située à l'intérieur du volume.

Pour un arrangement compact, une molécule située à l'intérieur d'un volume est entourée de 12 autres molécules. Pour une même molécule, située à la surface d'un volume pour le même arrangement, celle-ci est entourée de 9 molécules. Or, il existe une force cohésive entre deux molécules, permettant de réduire l'énergie potentielle du système.

Cette force est ce que l'on appelle plus communément les liaisons intermoléculaires. Puisqu'une molécule située à la surface est entourée de moins de molécules qu'une molécule située à l'intérieur du volume, cela implique que l'énergie d'une molécule à la surface soit supérieure à celle située à l'intérieur du volume. Il faut donc fournir de l'énergie pour déplacer une molécule de l'intérieur d'un volume vers la surface et ainsi augmenter la surface. Mentionnons que cela s'applique aussi bien aux solides qu'aux liquides.

C'est ce phénomène qui donne naissance à la notion de tension superficielle γ . La tension superficielle, qui s'exprime généralement en N/m ou en J/m², reflète la plus ou moins grande difficulté d'un volume liquide donné à augmenter sa surface. Ainsi, le travail nécessaire, dw , pour augmenter la surface $d\sigma$ d'un liquide donné, se détermine par la relation : $dw = \gamma d\sigma$

Le travail nécessaire, pour augmenter la surface d'un liquide donné, dépend donc de la nature chimique de ce liquide, puisque la tension superficielle est une propriété intrinsèque d'un liquide pur ou d'une solution donnée.

II.3.2.b- Interface air-solide

En flottation il y a généralement présence de trois phases physiques distinctes. Il y a normalement de petites particules solides, dont la nature de la surface peut être complexe, une phase aqueuse et de petites bulles d'air (des cavités sphériques dans la phase aqueuse) générées par un dispositif, qui varie d'un équipement de flottation à l'autre.

Il existe certaines conditions, pour qu'une bulle puisse entraîner une ou des particules solides à la surface de la phase aqueuse, pour ainsi concentrer un minerai ou un contaminant. Tout d'abord, la taille des bulles et celles des particules solides doivent être compatibles. En effet, les particules doivent être suffisamment petites et les bulles suffisamment grosses, pour que ces dernières puissent entraîner la ou les particules solides jusqu'à la surface. Toutefois, pour une question d'efficacité, les bulles ne doivent pas être trop grosses, car le taux de flottation augmente si la taille des bulles diminue, puisque pour un même volume d'air, la surface augmente. Aussi, il doit exister une affinité entre la bulle d'air et la particule solide, pour qu'il y ait formation d'un agrégat stable ; la bulle d'air doit entraîner la particule solide en surface. Ainsi, sur la base des propriétés physico-chimiques des surfaces des particules solides, on peut séparer celles-ci et concentrer un minerai ou un contaminant.

Essentiellement, pour qu'il y ait formation d'un agrégat stable entre une bulle d'air et une ou des particules solides, celles-ci doivent être hydrophobes. L'hydrophobicité d'une particule solide dépend de l'ensemble des forces mises en jeu à sa surface. Elle dépend principalement des tensions interfaciales (similaire à la tension superficielle) entre les différentes phases impliquées (Fig. II.10). Un système, à l'équilibre, implique qu'une bulle d'air soit attachée à une particule solide dans un milieu aqueux

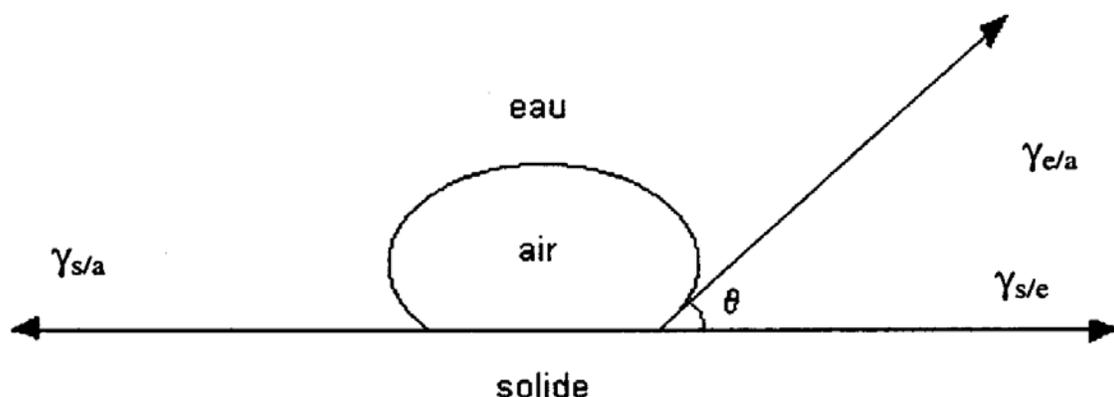


Figure II.10- Angle de contact entre une bulle et une particule solide dans un milieu aqueux

La tension interfaciale, entre la bulle d'air et la particule solide $\gamma_{s/a}$, peut s'exprimer ainsi :

$$\gamma_{s/a} = \gamma_{s/e} + \gamma_{e/a} \cos\theta \quad \dots\dots\dots (1)$$

Où $\gamma_{s/e}$ et $\gamma_{e/a}$ sont respectivement les tensions interfaciales entre une particule solide et l'eau, et l'eau et une bulle d'air, alors que θ représente l'angle entre la surface de la particule solide et la bulle d'air. La force requise pour briser cet agrégat s'appelle le solide.

La force d'adhésion $W_{s/a}$ est égale au travail nécessaire pour générer une nouvelle interface solide-eau, une nouvelle interface air-eau et pour briser l'interface air-solide; c'est-à-dire :

$$W_{s/a} = \gamma_{e/a} + \gamma_{s/e} - \gamma_{s/a} \quad \dots\dots\dots (2)$$

En combinant les équations 2 et 3, on obtient :

$$W_{s/a} = \gamma_{e/a} (1 - \cos\theta) \quad \dots\dots\dots (3)$$

On constate ainsi, que plus l'angle de contact est grand, plus le travail nécessaire pour briser l'agrégat particule-bulle est important. La flottabilité d'une particule solide augmente donc avec l'angle de contact. Cela est conforme à ce qu'intuitivement il est possible d'imaginer; c'est-à-dire que plus une particule solide est hydrophobe, plus la bulle d'air s'aplatit sur la surface solide.

II.3.3- Préparation de la pulpe

La pulpe doit normalement subir une certaine préparation avant la flottation. Ainsi, de l'eau est habituellement ajoutée au matériau, afin d'avoir une pulpe contenant, de 5-50 % de solides sur une base massique. Puisque la flottation est un phénomène de surface, il faut s'assurer que le matériau soit exempt de toute agglomération. Pour ce faire, la pulpe est introduite dans un réservoir de conditionnement, où une agitation constante est maintenue, afin d'assurer l'homogénéité de la pulpe. Si cela est nécessaire, des agents dispersants sont ajoutés. Lorsqu'une agitation plus violente est requise, la période de conditionnement peut être remplacée par de l'attrition. L'attrition permet de détacher les particules fines des plus grosses et aussi de nettoyer la surface des particules par friction. Soulignons que l'attrition est d'autant plus efficace, que le pourcentage massique en solides de la pulpe est élevé.

Enfin, techniquement parlant, la configuration du réservoir est notamment ce qui différencie le conditionnement de l'attrition.

II.3.4- Réactifs chimiques

Généralement, des réactifs chimiques sont ajoutés à la pulpe dans un procédé de flottation, de façon à améliorer son efficacité. Il existe une large gamme de ces produits, pouvant être classés dans trois catégories différentes : les collecteurs, les moussants et les régulateurs. La nature et la quantité des produits utilisés dépendent des propriétés physico-chimiques superficielles des particules à concentrer. Mentionnons aussi que l'efficacité du procédé dépend du pH et du potentiel d'oxydoréduction de la pulpe.

II.3.4.a- Les collecteurs

La plupart des substances qui peuvent être concentrées par flottation (minerais ou contaminants) sont classées comme étant polaires ou non polaires. Les substances non polaires sont généralement hydrophobes, alors que celles polaires sont plutôt hydrophiles. Bien qu'il soit possible de concentrer par flottation des substances naturellement hydrophobes sans l'aide d'agents chimiques, on a généralement recours à des tensioactifs, afin d'améliorer la flottabilité d'un minerai.

Un tensioactif (ou collecteur) est une molécule organique qui s'adsorbe à la surface du minerai ou du contaminant et qui le rend hydrophobe, facilitant ainsi l'attachement à une bulle d'air. L'ajout d'un tensioactif permet donc d'augmenter l'hydrophobicité naturelle d'une substance non polaire ou de générer une hydrophobicité artificielle pour une substance polaire. Les tensioactifs peuvent être de nature ionique ou non. Ceux qui sont non ioniques sont très peu solubles dans l'eau et rendent le minerai ou le contaminant hydrophobe, en formant un mince film, à la surface de la particule solide. Les tensioactifs ioniques peuvent être qualifiés d'hétéropolaires; c'est-à-dire qu'ils comportent à la fois une partie polaire et une autre non polaire. La partie non polaire est généralement une longue chaîne de carbone, ramifiée ou non, alors que la partie polaire peut être cationique ou anionique. Le schéma ci-dessous donne une vue d'ensemble de la classification des collecteurs utilisés en flottation. Le mode d'action des collecteurs est similaire à celui des savons.

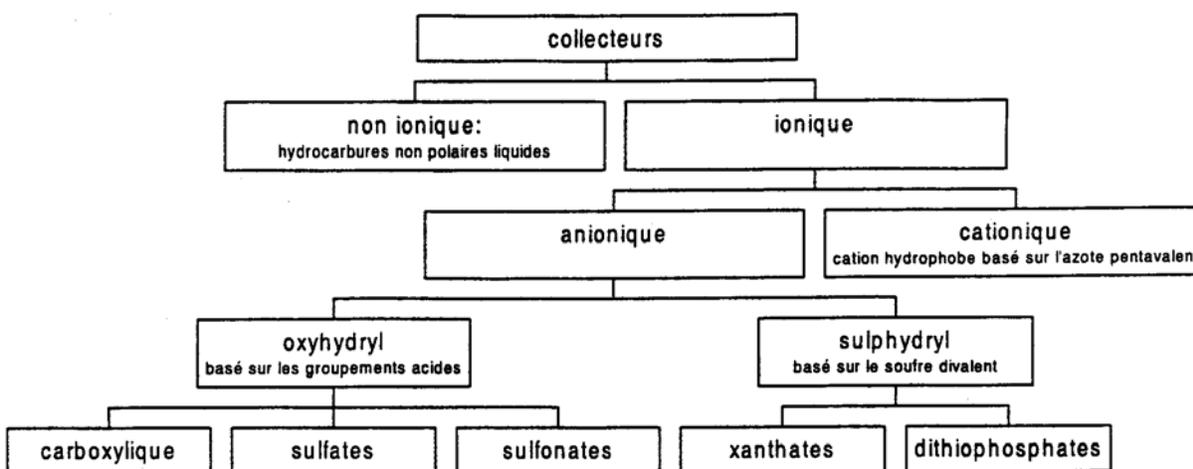


Figure II.11 - Classification des collecteurs

En effet, la partie polaire de la molécule s'adsorbe sur la surface de la particule et ainsi la partie non polaire forme une nouvelle surface à caractère fortement hydrophobe (Figure II.14).

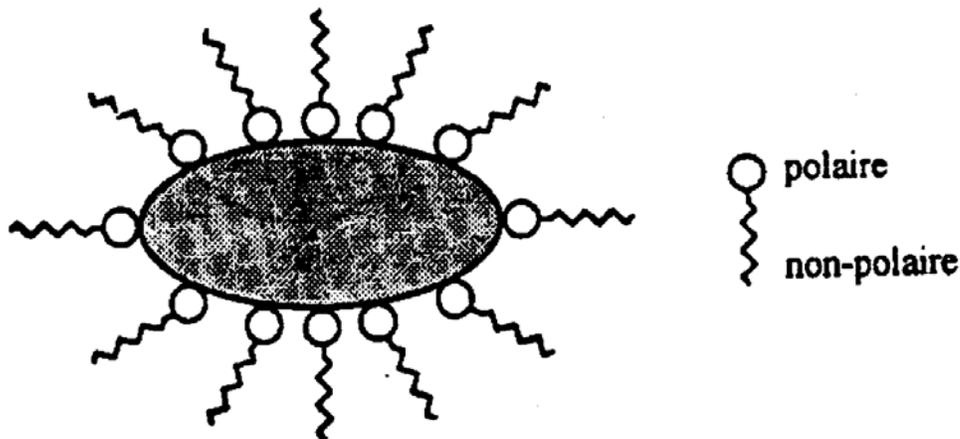


Figure II.12- Mode d'action d'un collecteur

La concentration du collecteur est un facteur très important pour l'efficacité du procédé. En effet, il est assez facile d'imaginer que si la concentration du tensioactif est trop faible, le caractère hydrophobe du minerai ne sera pas optimal. Toutefois, il ne faut pas penser qu'une augmentation infinie de la concentration d'un tensioactif contribue à augmenter sans cesse le caractère hydrophobe d'un minerai. En effet, il existe une concentration, pour laquelle le caractère hydrophobe du minerai ou du contaminant est optimal et celle-ci correspond physiquement à la formation d'une monocouche de tensioactif sur l'ensemble de la surface du minerai à flotter. Si la concentration du collecteur est supérieure à ce qui vient d'être décrit, d'une part la sélectivité du procédé risquera d'être réduite car il y aura flottation d'autres types de minerais, et, d'autre part, l'hydrophobicité des particules diminuera avec formation de multicouches à la surface des particules et celles-ci seront moins bien ordonnées et moins bien orientées qu'une monocouche.

II.3.4.b- Les moussants

Non seulement faut-il maximiser l'hydrophobicité du minerai ou du contaminant en ajoutant un collecteur, mais en plus, il faut s'assurer de la stabilité de l'agrégat particule-bulle. Celle-ci dépend essentiellement de l'agent moussant. Chimiquement, les moussants sont souvent similaires aux tensioactifs ioniques ; certains d'entre eux sont de très puissants moussants, et de ce fait, ne peuvent être utilisés comme tels.

En effet, un moussant doit avoir un pouvoir collecteur négligeable, rendant la mousse juste suffisamment stable pour que celle-ci puisse être isolée de la pulpe. Les moussants sont généralement des molécules organiques hétéropolaires, qui abaissent la tension superficielle de la phase aqueuse et augmentent donc la stabilité et la durée de vie des bulles générées. Leur mode d'action est similaire aux collecteurs; c'est-à-dire que la partie polaire s'oriente vers l'eau, alors que celle non polaire s'oriente à l'intérieur des bulles d'air (Figure II.13).

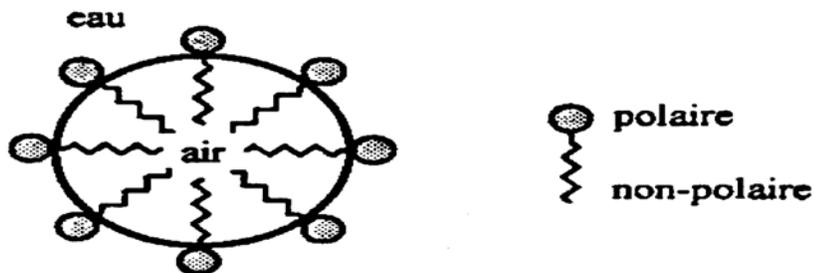


Figure II.13- Mode d'action d'un moussant

La plupart des agents moussants utilisés aujourd'hui sont des alcools, car ils n'ont pratiquement pas de propriétés de collecteur, contrairement à ceux ioniques. Une large gamme d'alcools synthétiques est aujourd'hui disponible. L'un des agents moussants le plus utilisé est le « méthyl- isobutyl- carbinol » MIBC (Figure II.16).

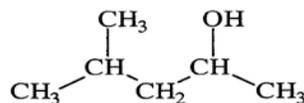


Figure II.14- Structure du MIBC

II.3.4.c- Les régulateurs

Les régulateurs sont largement utilisés en flottation, servant principalement à modifier l'action du collecteur en augmentant ou en diminuant le caractère hydrophobe d'une surface solide. Ils se subdivisent en deux catégories : les activateurs et les dépresseurs.

- a) Les activateurs : servent généralement à modifier la surface d'un minerai, afin de la rendre la plus accessible pour un collecteur. Ce sont généralement des sels solubles dans l'eau, dont l'un des ions réagit avec la surface du minerai ou du contaminant. Le sulfate de cuivre (II) et le sulfure de sodium sont deux activateurs, couramment utilisés dans l'industrie.
- b) Les dépresseurs : servent principalement à augmenter la sélectivité du procédé, en rendant hydrophiles certains minerais ou contaminants, réduisant ainsi leur flottation. Il existe plusieurs types de dépresseurs et leur mode d'action est encore aujourd'hui mal compris. Le cyanure de sodium est un dépresseur très utilisé dans l'industrie minéralurgique. Il a l'avantage d'être très sélectif et donc de laisser la surface du minerai à flotter libre pour l'activateur. Toutefois, il doit être utilisé avec précaution, car il est très toxique et le contrôle du pH de la pulpe devient alors un élément critique. L'oxyde de soufre(IV) constitue un autre dépresseur largement utilisé. Enfin, certains réactifs organiques (starch, dextrine, tannin et quebracho) sont aussi utilisés comme dépresseurs. Ils ne sont toutefois pas aussi sélectifs que les dépresseurs ioniques.

II.3.4.d- Le pH

Dans le cadre des applications minéralurgiques, le pH de la pulpe est pratiquement toujours une variable importante, dont il faut tenir compte et contrôler. En effet, il est important de réaliser que la sélectivité et l'efficacité d'une séparation par flottation dépendent dans une large mesure du pH de la pulpe, puisque les différents agents chimiques (collecteurs, moussants et régulateurs) ont une efficacité variable selon le pH. Il faut donc, non seulement s'assurer d'utiliser les bons agents chimiques à des concentrations adéquates, mais en plus, contrôler le pH et permettre ainsi une performance optimale du procédé. En fait, il existe un équilibre très fragile entre les concentrations des différents agents chimiques et le pH. Le plus souvent, la flottation se pratique en milieu basique, car la plupart des collecteurs sont stables dans ces conditions, tout en minimisant la corrosion des équipements. Les principaux produits utilisés pour contrôler le pH sont : la chaux hydratée, le carbonate de sodium et dans une moindre mesure l'hydroxyde de sodium et l'ammoniac.

II.3.4.e- Le potentiel Redox

On a montré que sous certaines conditions d'oxydoréduction, certains minéraux peuvent être flottés sans ajout de collecteur. En effet, d'après ces travaux, la plupart des sulfures peuvent être flottés sans collecteur si les conditions Redox de la pulpe sont oxydantes. Toutefois, il semble que l'importance et le rôle du potentiel Redox soient encore mal compris aujourd'hui et que son application à des matrices complexes (mélange de sulfures) soit encore très limitée.

II.3.5- Flottation des minerais sulfurés

Les objectifs de la flottation sélective des minerais sulfurés de plomb et zinc consistent à collecter le plomb dans le concentré de plomb et le zinc dans celui du zinc. Généralement, en pratique, on flote en premier lieu le plomb et après le zinc. Pour la flottation du plomb, on utilise les collecteurs sulfhydryle (éthylxanthate) et de l'huile de pin comme moussant dans un milieu faiblement alcalin (pH = 8 à 10).

Dans la flottation du plomb, on utilise l'agent dépresseur le plus efficace : le cyanure de sodium, NaCN. Pour flotter le zinc, on active le minéral, généralement par le sulfate de cuivre (CuSO_4) et on le collecte par l'amylxanthate. Ce traitement est généralement produit dans un milieu moyennement alcalin (pH de 10 à 12).

II.3.6- Flottation des minerais oxydés

Les minerais oxydés sont de façon générale difficile à flotter, car ils ont des propriétés physiques voisines de celles des gangues. Les problèmes présentés par le traitement des minerais oxydés sont liés à la nature de la gangue, acide ou basique.

Une gangue acide sulfatée renferme : de la baryte, du quartz ou du silicate.

Une gangue basique carbonatée renferme : de la calcite, de la dolomite, de la sidérite.

En pratique, on utilise des méthodes spécifiques pour le traitement de divers minerais oxydés.

II.3.7- Les principaux équipements de flottation

Il existe principalement deux types d'équipements de flottation : les appareils pneumatiques et les appareils mécaniques. Les cellules de flottation font partie des équipements mécaniques, alors que les colonnes font partie des équipements pneumatiques.

II.3.7.a- Les cellules de flottation

Les cellules sont essentiellement constituées d'un réservoir, dans lequel une turbine est entourée de chicanes, dont l'un des rôles est d'assurer l'homogénéité de la pulpe (Fig. II.17). L'air provient de l'axe de la turbine et l'aération peut se faire de deux façons. Elle peut se faire de façon indépendante par la pression négative générée par la rotation très rapide de la turbine qui aspire l'air ou par l'injection d'air à l'aide d'une soufflante à faible pression. L'air est ainsi introduit dans le système, puis dispersé sous forme de fines bulles grâce à l'action combinée de la turbine et des chicanes. Le diamètre des bulles est une caractéristique très importante, car il définit la surface disponible pour l'adhésion des particules solides. Le concentré, constitué de mousse chargée de particules hydrophobes, est recueilli à la surface de la cellule, généralement à l'aide d'un dispositif appelé écumeur.

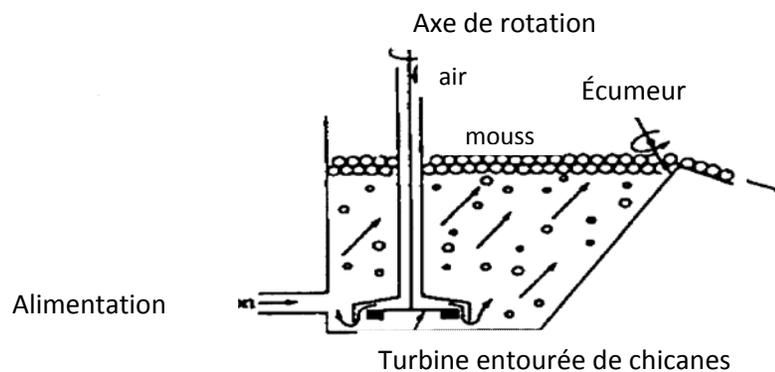


Figure II.15- Cellule de Flottation

Pour les procédés en continu, le rejet est soutiré à la base de la cellule. Généralement, dans un procédé industriel, plusieurs cellules sont disposées en banc (en série), afin d'améliorer l'efficacité du procédé. La pulpe est ainsi introduite dans le premier réservoir, où une fraction donnée des particules hydrophobes est recueillie dans le concentré. Ensuite, le rejet, encore relativement riche en particules hydrophobes, est introduit dans une seconde cellule où une autre fraction en particules hydrophobes est recueillie. Le processus se répète ainsi, jusqu'à ce que généralement, il ne reste pratiquement plus de particules hydrophobes.

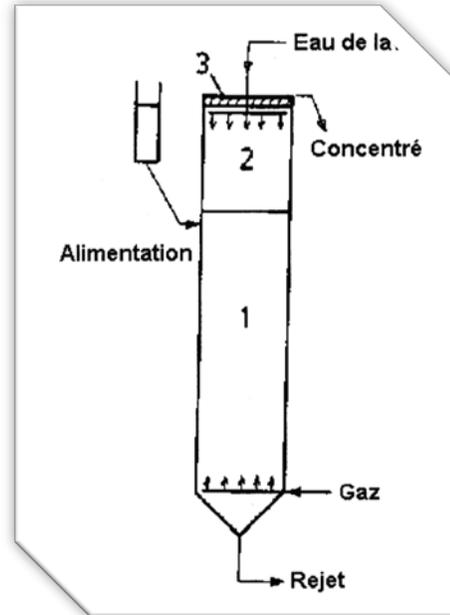
II.3.7.b- Les colonnes de flottation

Les colonnes constituent, ce qu'il est convenu d'appeler, équipements pneumatiques. En effet, le concept a été développé au Canada au début des années 1960.

Elles sont particulièrement efficaces pour traiter les particules fines. Essentiellement, une colonne est constituée d'une longue section (circulaire ou carrée) relativement étroite (Fig. II.16). Typiquement, à l'échelle industrielle, les colonnes ont de 9 à 15 mètres de longueur et un diamètre de 0,5 à 3 mètres.

Toutefois, en laboratoire, il est possible de construire des colonnes de façon artisanale, ayant une longueur de 2 mètres seulement. L'air est introduit par la base et sa dispersion sous forme de fines bulles est assurée par un diffuseur

Dans une colonne, la taille des bulles peut atteindre un minimum de 0.01 mm et celle-ci peut être modifiée sans changer la concentration du collecteur (contrairement aux cellules). En effet, on peut changer la distribution de la taille des bulles en modifiant la pression du diffuseur



II.16 : Collone de flottation

PARTIE II : ASPECT METALLURGIQUE

I. La lixiviation [3], [6]

I.1. Définition

L'attrition est une technique de frottement des grains générée par un arbre à pales et qui entraîne un nettoyage de surface des grains. Cette technique s'utilise en amont du procédé. Elle consiste en la dissolution sélective des métaux présents dans un minerai par un réactif adéquat en solution aqueuse, donc cette dissolution des impuretés est une lixiviation qui est un procédé hydrométallurgique. Dans la lixiviation, les minerais interviennent sous plusieurs formes :

- oxydes, carbonates, sulfates, silicates ;
- Sulfures après grillage ;
- Sulfures non grillés ;
- Un mélange de minéraux.

Les agents peuvent être des acides, des bases, des complexants ou des bactéries.

I.2-Les principes de lixiviation

Les techniques de lixiviation, quant à elles, dérivent de deux principes différents selon le minerai à lixivier avec agitation ou sans agitation, le premier cas est utilisé surtout pour les concentrés, la vitesse de réaction est plus élevée et peut être améliorée en jouant sur la pression. Par contre, dans le second cas, la solution d'attaque traverse le lit de minerai, généralement pauvre, par percolation et la durée de la lixiviation est beaucoup plus longue. Les deux méthodes sont souvent appelées :

- Lixiviation avec agitation à pression atmosphérique ou sous pression (en autoclave)

- Lixiviation statique ou en tas (in situ, par percolation, sur aires avec récupération des solutions aqueuses contenant les éléments solubles.

I.3- Les conditions opératoires

L'optimisation d'un procédé de lixiviation consiste à définir les conditions qui permettent un rendement maximum en un temps court et un prix de revient minimal. La vitesse et le rendement de la lixiviation dépendent d'un grand nombre de variables fortement indépendantes :

- Concentration de l'agent (solvant) ;
- La granulométrie du minerai ;
- Le rapport liquide / solide ;
- La température ;
- La durée de lixiviation ;
- L'agitation ;
- Rapport L/S ;
- pH.

Dans notre cas, on va utiliser des agents chimiques : dithionite de sodium et hypochlorite de sodium pour décaper les échantillons de leurs enduits d'oxydes de fer. Leur principe repose sur la transformation des hydroxydes ferriques, peu solubles, en hydroxydes ferreux, qui sont dissous par les solvants.

I.4- Les modes de lixiviation

I.4.1- Lixiviation par agitation

La lixiviation par agitation consiste à maintenir le minerai broyé en suspension dans la solution d'attaque par une agitation appropriée, durant un temps nécessaire à la dissolution.

Dans le choix de l'appareillage les paramètres essentiels à considérer sont :

- le rapport liquide / solide
- la méthode d'agitation
- la pression
- la température du milieu aqueux
- l'état de la surface des parois de l'appareil (rugosité)

Différents modes d'agitation sont utilisés :

- l'agitation mécanique atmosphérique et sous pression.
- l'agitation par air comprimé
- l'agitation type Dorr qui combine une agitation lente mécanique avec l'agitation par air comprimé.

I.4.2- Lixiviation en tas

La lixiviation en tas (heap leaching), utilisé comme moyen de production complémentaire à partir des minerais marginaux ou à faible teneur, a connu un essor prodigieux et est devenue suffisamment compétitive pour être envisagée comme mode de traitement principal. En effet, appliquée dans les traitements des minerais de cuivre, or, argent et aux minéraux d'uranium.

Du point de vue industriel, la mise en oeuvre de la lixiviation en tas comporte quatre étapes :

- Préparation d'une aire étanche ou facilement drainable, cette aire peut être naturelle (dump leaching) ou préparée (heap leaching). Elle peut, par ailleurs, être perdue ou récupérable (vat leaching) ;

- Préparation d'un tas en remblai de quelques dizaines à quelques centaines de milliers de tonnes. La hauteur et la surface du tas dépendent essentiellement de la nature du minerai ;
- Récupération des solutions chargées dans les bassins, une partie de ces liqueurs va à la suite du traitement, le reste est recyclé sur le tas après ajustage du milieu lixiviant.
- Elles sont souvent concentrées par recyclage ou par effet thermique, avant de subir une électrolyse ou une réduction par le procédé de précipitation.

Plusieurs études effectuées aux laboratoires et à l'échelle industrielle ont permis de mettre en évidence les facteurs dont dépend le rendement d'extraction, il s'agit notamment ;

- des caractéristiques minéralogiques, chimiques et physiques du minerai qui déterminent la tendance à l'imperméabilisation ;
- de la granulométrie qui doit être suffisante pour permettre la circulation de l'air et des réactifs ;
- De la présence dans le minerai d'éléments pouvant déclencher et entretenir la réaction de dissolution (bactéries), si les autres agents lixivants sont exclus.

II.CALCINATION [6], [19]

II.1-Définition

La calcination est un procédé métallurgique, qui consiste à chauffer l'échantillon à haute température (typiquement 500 à 1 000 °C) sous air ou sous atmosphère neutre, afin de provoquer des réactions physiques et chimiques.

II.2-Réactions chimiques et physiques

Lors du chauffage, il se produit diverses réactions modifiant l'échantillon :

- A 100 °C : l'eau libre se vaporise ;
- Au-dessus, l'eau liée se libère (par exemple molécules d'eau liées dans le gypse, l'argile) ;
- Vers 550 °C : sous air ou atmosphère oxydante, la matière organique brûle produisant du dioxyde de carbone (CO₂) ou du graphite (C) ;
- Le carbone s'oxyde lentement, pour former du dioxyde de carbone ou du monoxyde de carbone ;
- Les carbonates se décomposent, par exemple : $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$;
- Sous air ou en atmosphère oxydante, les métaux s'oxydent ;

II.3-Les conditions capitales de chauffage

- Chauffage à la flamme : une flamme peut comporter des zones oxydantes et des zones réductrices, selon les conditions de combustion ;
- Chauffage en four ou par induction : on peut travailler en contact de l'air (environnement oxydant) ou sous atmosphère neutre.

II.4-Perte au feu

Si de telles réactions prennent place, on peut avoir :

- une perte de masse, du fait du départ des espèces volatiles : c'est la perte au feu ;
- un gain de masse dû à l'incorporation d'atomes d'oxygène (oxydation), on parle alors de « perte au feu négative » ou parfois de « gain au feu » (gain on ignition, GOI).

La perte au feu est donc simplement la différence de masse :

$$\text{Perte au feu} = (\text{masse avant calcination}) - (\text{masse après calcination})$$

On l'exprime parfois en pourcentage :

$$\text{Perte au feu (\%)} = 100 \times [(\text{masse avant calcination}) - (\text{masse après calcination})] / (\text{masse avant calcination})$$

Un cas typique est celui de l'analyse des roches. La perte au feu provoque une transformation du calcaire en chaux.

PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE III
IDENTIFICATION DU
GISEMENT DE DJEBEL EL
MADJÈNE

Les premiers travaux géologiques et les études portant sur le gisement de Djebel El Madjène ont été réalisés par les géologues du BRGM (Bureau français de Recherches Géologiques et Minières).

Les travaux de prévision-révision ont débuté à partir de 1976 sur les substances utiles (cartes prévisionnelles et notices explicatives des substances utiles non métalliques)

D'autres travaux plus récents ont été réalisés par la SONAREM (Société Nationale de Recherche et Exploitation Minière)

Dans le cadre des différents projets de recherche dans le domaine des matériaux de construction, l'ex-SNMC a procédé au cours des années soixante-dix et quatre-vingt, à la réalisation d'études géologiques pour les besoins d'une cimenterie, d'une unité de produits rouges, céramiques et d'une grande carrière d'agréats.

Durant l'année 2011, les travaux réalisés :

- Travaux géologiques (levé géologique).
- Travaux d'échantillonnage.
- Travaux de forage
- Travaux topographiques.
- Travaux de laboratoire

Le site de Djebel El Madjène est constitué de calcaires compacts, similaires à ceux de M'Zaret El Maize, dont la composition chimique peut répondre aux attentes de l'E.N.G (Entreprise Nationale de Granulats) pour les carbonates de chaux et granulats.

Les essais physico-mécaniques ont démontré des teneurs satisfaisantes, avoisinant celles exigées par les normes et répondant aux applications dans l'industrie sidérurgique, la fabrication de béton et celles des pierres de construction (Norme AFNOR NPP 18. 301).

D'autres applications, telles que l'industrie chimique (carbonates de calcium, chaux..), du pétrole et verrerie, nécessiteront d'enrichissement pour utilisation.

II-SITUATION GEOGRAPHIQUE DU GISEMENT [9], [10]

II.1-Localisation

Djebel El Madjène est administrativement rattaché à :

- Nom du site : Djebel El Madjène
- Commune : Ouled Rahmoune
- Daïra : Aïn Abid
- Wilaya : Constantine

Le site, lieu-dit : Djebel El Madjène, d'une superficie de 130 ha, scindé en 2 secteurs, délimité par deux polygones à huit côtés et 10 côtés, est situé sur la carte topographique d'El Khroub N° 97 à 1/50 000.

II.2-Réseau hydrographique, géomorphologie et végétation

Le relief est partiellement accidenté. Le point culminant à 1103m est situé près du site. Le drainage de la région se fait par l'Oued Mehris de direction Est-Ouest. Le terrain, dans sa majeure partie est dénudé, sans végétation. L'ensemble de la région est fortement vallonné, parcouru par de petits tributaires de ces oueds.

II-3-Climat

Il est de type continental, caractérisé par un été chaud et sec, un hiver froid et pluvieux. L'apport annuel des précipitations est en moyenne de 600 à 650mm. Les vents dominants sont généralement de direction SE-NW.

III- CADRE GEOLOGIQUE DE GISEMENT [9], [10]

III.1-Géologie régionale

La région d'El Khroub est située au centre d'un bassin Néogène lacustre au Nord-Ouest de la feuille, où l'altitude varie entre 575 et 800m. A l'exception de quelques escarpements de calcaires pliocènes et de grès Oligocènes, la topographie est plate.

Sur la moitié Nord-Est de la feuille, le massif calcaire d'Oum Settass (Montagne noire), s'élève brusquement jusqu'à 1180-1326m, point culminant de la feuille.

Le revers Sud-est de cette montagne est formé de champs de Lapiès du cénomanien, plongeant sous le Néogène du bassin d'Aïn Abid. La profondeur des vallées dépasse à peine 50m.

Au Sud du bassin d'Aïn Abid, les hautes collines, formées surtout par l'Eocène, montent jusqu'à 1167m. L'extrême Sud de la feuille représente la marge du massif calcaire Fortass-Guerioun, s'étendant vers le Sud, sur la feuille d'Aïn fakroun.

Au Sud du khroub, l'Oued Bou Merzoug reçoit de l'Est, l'Oued berda, dont le bassin comprend la majeure partie du bassin d'Aïn Abid.

Le territoire d'étude fait partie de la région de Constantine, appartenant à un domaine plissé de l'Atlas Tellien. Il est associé à la zone des hauts plateaux Constantinois

Entre les roches carbonatées, les calcaires occupent une place essentielle dans la coupe des dépôts, participant dans la composition géologique de la région. Ils se rencontrent dans les dépôts jurassiques, crétacés, éocènes et néogènes. Ils sont représentés par certaines variétés, dont les calcaires cristallins purs, variétés dolomitisées, siliceuses, phosphatées et bituminées. Les calcaires sont en général d'origine marine, à l'exception des calcaires du pliocène, qui sont de type lagunaire.

Les calcaires rapportés au Cénomanien constituent de grands massifs (Felten, Sekoum, ouled Sellam, Groum, Oum-Settas...). Ce sont des calcaires chimiquement purs, cristallins, compacts, encaissant souvent des bancs de dolomies, ayant un intérêt pratique (production de carbonate de calcium, chlorure de chaux, granulats, sables de carrière).

III-2- Stratigraphie

La nappe néritique constantinoise correspond à l'essentiel des reliefs calcaires de la feuille de Constantine à 1/ 200 000. Les affleurements les plus importants correspondent aux Dj. Grouz, Friktia, Garnchouf, Zouaoui, Felten, Oum Settas, Mazela et Djaffa, aux reliefs isolés de la plaine de Teleghma, aux monts d'Aïn M'lila, avec à l'ouest l'ensemble Galate Oued Sellam, Nif N'ser et à l'Est l'ensemble Guérioune Fortas.

La série néritique surmonte les calcaires sub récifaux et marno-calcaires albiens.

Argiles miocènes à blocs

De rares affleurements de marnes jaunes à microfaunes remaniées reposent stratigraphiquement sur la série néritique Constantinoise au Sud du Djebel Fortas.

Sénonien transgressif

Les affleurements septentrionaux de la nappe néritique Constantinoise possèdent une ouverture Sénonienne transgressive. La plus diversifiée existe au rocher de Constantine. Le Sénonien débute par une discordance de ravinement et des niveaux d'allure microbréchique ayant, 20m de calcaires noires, micritiques à silex noir.

Turonien

Le Turonien est présent au sommet du rocher de Constantine, mais ne peut être séparé par cartographie du Cénomaniens supérieur. Il est bien individualisé au niveau de Djebel Oum Settas. Ce sont des calcaires rubanés à rudistes, d'une épaisseur de 180m.

Il est représenté par des calcaires récifaux blanchâtres et calcaires à débris très cristallins, parfois oolithiques (250m). Des rudistes en place forment des tables et trottoirs.

Cénomaniens

Le Cénomaniens calcaire est connu dans les Djebel Grouz, Felten Zouaoui Friktia Karkara, Oum Settas, Mazela et Djaffa. Cette formation atteignant 250 à 700m d'épaisseur, débute par des calcaires massifs à rudistes, cristallins blanchâtres. L'ensemble de la série ne dépasse pas la centaine de mètres.

Albien-Vraconien

L'albien correspond à la seule rive visible de la série et ses niveaux marneux sont généralement encroûtés. Seuls sont observés des bancs de calcaires noirs grumeleux à rognons. Ce sont surtout des calcaires à bélemnites et rudistes. Ces couches se terminent par un niveau conglomératique, à élément calcaire et à gangue marneuse.

L'ensemble de la série ne dépasse pas la centaine de mètres.

Aptien

L'Aptien débute en général par 50m de calcaires massifs en gros bancs qui ont été rencontrés, notamment, aux Djebel Oum Settass et Frikitia. C'est une association caractéristique du Bedoulien.

Au-dessus, la série se poursuit par 100 à 200m de calcaires micritiques noires, très riches en miliolites, cristallins et calcaires à grains fins, avec des algues calcaires, des coraux, huîtres et débris de rudistes.

Barrémien

Au Djebel Karkara, le Barrémien fait suite en continuité aux calcaires à silex d'âge Hauterivien et correspond à une puissante série calcaro-dolomitique de 250 à 300m.

Au Djebel Oum Settass, affleurent des calcaires à débris et à oolithes avec *orbitolina conoida* (dépassant 40m).

Hauterivien

A l'extrémité Nord-Ouest du Dj. Oum Settass, affleurent des calcaires et marnes, attribués à l'hauterivien. Au sommet, s'observent des marnes schisteuses noirâtres et gris-verdâtres (22m), terminés par un mince niveau de marnes concessionnaires à fossiles. Les marnes contiennent des oursins et une faune de foraminifères rares.

Au dessous, viennent des calcaires compacts gris foncé en bancs épais, à intercalations de calcaires à débris d'organismes (40m), séparés des calcaires sous-jacents par une mince couche marneuse verdâtre. A la base de l'étage, existent des calcaires compacts lités en bancs épais, gris foncés avec quelques intercalations plus marneuses.

Valanginien

A l'extrémité Nord-Ouest du Dj. Oum Settass, des calcaires compacts gris clair, parfois versicolores, en bancs de 25 à 45cm, attribués au Valanginien (15m)

Néocomien carbonaté

Au Djebel Frikitia et Karkara, le Néocomien débute au-dessus d'un hard-ground par des niveaux à *Calpionelles* de la limite des Berriasien-Valanginien.

L'épaisseur de ces niveaux ne dépasse pas 50m. Ce sont des calcaires fins et des marnes roses ou jaunâtres à *Ammonites*.

Le Néocomien se poursuit par 150m de calcaires à silex aux Dj. Guerrioun et Fortas. Le Néocomien est carbonaté (250-300m) à alternance calcaro-dolomitique.

Jurassique supérieur carbonaté

Le Jurassique supérieur existe au lieu dit Karkara. Il s'agit de dolomies noires surmontées par une barre de 90 à 100m de calcaires massifs.

Trias calcaro-dolomitique :

Le Trias affleure en plusieurs pointements dans différentes parties de la feuille

Le Trias jalonne de nombreux contacts anormaux entre diverses unités Telliennes, absent à la limite entre les unités les plus basses et la nappe néritique Constantinoise.

III-3-Tectonique

La région présente une tectonique chaotique

La région se situe dans une zone où viennent fusionner deux domaines :

- Celui des chaînes telliennes,
- Celui des hautes plaines constantinoises.

Le domaine tellien est caractérisé par une tectonique de couverture (sédiments marneux formés en mer profonde, sur un socle profond. La direction des plis est E-W).

Le domaine des hautes plaines est marqué par une tectonique de revêtement (sédiments néritiques moins épais que dans l'Atlas tellien et saharien, plis rigides, simples avec de grandes fractures verticales de direction SW-NE, comme dans l'Atlas saharien).

Dans la région structurale constantinoise, on distingue :

- Une tectonique des terrains anté-miocène (phase pyrénéenne) ;
- Une tectonique des terrains du Miocène (phases alpine).

La partie septentrionale de la feuille est dominée par l'anticlinal d'Oum Settas, dont le noyau Néocomien affleure à l'extrémité NW, en contact par failles avec le mio-pliocène.

III-4- Géologie locale

Le site de Dj. El Madjène constitue le prolongement vers l'Ouest de M'Zaret El Maize. Le massif de Dj. El Madjène est constitué par des formations du Crétacé supérieur, représentées par le Cénomaniens et le Turonien.

La base du Cénomaniens est formée par des lits de calcaires bien lités, parfois de teinte brunâtre à grains fins, alternant avec des couches marneuses. Les marnes disparaissent plus haut dans la série. Les calcaires deviennent plus épais et les couleurs plus claires. Les calcaires sont compacts, durs, solides, de morphologie massive. L'épaisseur apparente de la couche est de 60 m. Cette formation se poursuit vers l'Ouest. Tandis que celle du Turonien est représentée par des calcaires récifaux et calcaires à débris très cristallins, parfois oolithiques.

La limite stratigraphique avec le turonien calcaire a pu être déterminée à l'aide de rudistes en un point seulement dans l'oued Guenguit, au centre du Djebel Oum Settas. Au Djebel Mazela, le cénomaniens est représenté par des calcaires identiques, mais lités, avec les mêmes fossiles (approximativement 250m).

Près de la bordure méridionale de la feuille d'El Khroub, le céno-manien est représenté par des calcaires lités à huitres, algues calcaires, coraux et orbitolina lenticularis (100m). Ce sont des calcaires compacts, gris ou des microbrèches à Miliolites.

Dans la partie supérieure de cet étage, on trouve une intercalation marneuse fossilifère à *Alectryonia rectangularis*, *pecten* sp. , gastéropodes de grande taille et huîtres.

Au Dj. Mazela et près d'Aïn Hadjar, le Vraconien-Albien est constitué de marnes et marno-calcaires glauconieux, légèrement phosphatés (25m), fossilifères au sommet. Ces couches sont terminées par un mince niveau conglomératique, à éléments calcaires et gangue marneuse. Le vraconien-Albien est représenté au Djebel settas par une intercalation marneuse d'environ 1,50m.

Dans la partie Ouest de Dj. Oum Settas, et au Dj. Mazela, l'Aptien comprend des calcaires fins à miliolites, des marno-calcaires et marnes verdâtres à *Orbitolina discoidea-Conoidea*, de grandes huîtres plates, Briozoaires, algues et coraux, *Terebratula* sp. et *Rhynchonella* sp. (Approximativement 300m).

Dans la partie Sud de la feuille, l'Aptien est représenté par la série suivante : au sommet, des marnes et marno-calcaires, avec des niveaux à oolithes ferrugineuses et orbitolines très nombreuses (20m). En dessous, apparaissent des calcaires microbrèches, calcaires à miliolites, calcaires cristallins et calcaires à grains fins, avec des algues calcaires, coraux, huîtres et rudistes. A l'extrémité Nord-Ouest de Djebel Oum Settas, affleurent des calcaires à débris et oolithes, à *Orbitolina conoidea* (dépassant 40m)

CHAPITRE IV

IDENTIFICATION DU MINÉRAI DE CARBONATE DE CALCIUM

I-ECHANTILLONNAGE

Dans le cadre d'essais d'enrichissement du minerai de carbonate de calcium du gisement de Djebel El Madjène (W. Constantine), pour une éventuelle utilisation dans l'industrie chimique (carbonate de calcium, chaux), quatre échantillons (TC1, TC2, TC3 et TC4) ont été prélevés : deux en surface et deux dans les sondages (d'après 7 forage de 250m chacun en moyenne).. Cette masse de minerai a été subdivisée rationnellement par quartage ou diviseur, afin d'obtenir des échantillons et du Tout-venant pour les diverses affectations.

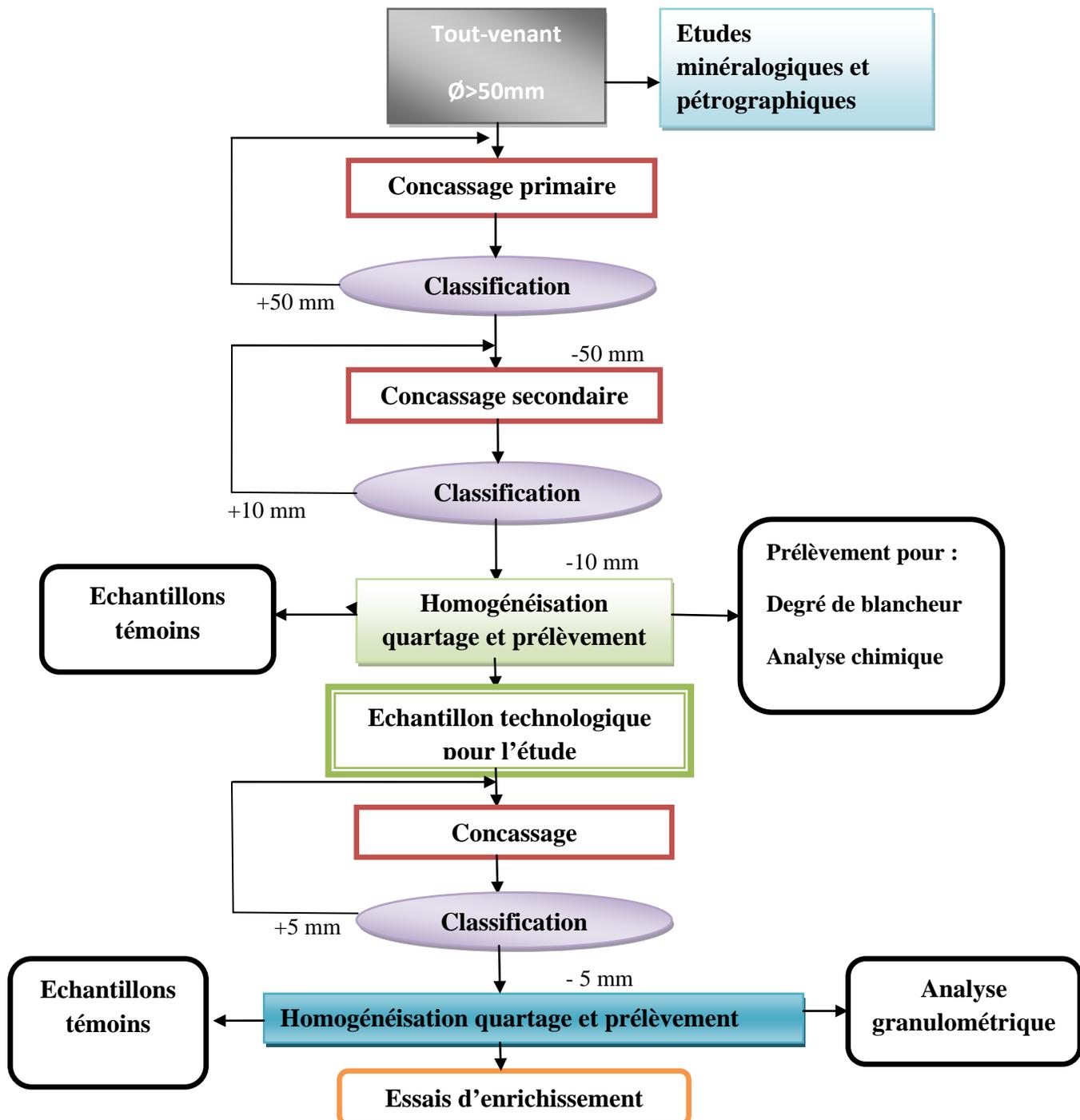


Figure VI.1-Schéma de préparation mécanique du minerai de CaCO_3 .

II- ETUDE MINERALOGIQUE ET PETROGRAPHIQUE

En procédant à la préparation de la roche (Annexe I) et au quartage de minerai, on a obtenu des sections polies et des lames minces, qu'ont été réalisées au sein du laboratoire central de l'ORGM. Une étude minéralogique et pétrographique a été entreprise. L'utilisation de microscope à lumière polarisante a permis de pratiquer une :

II.1-Etude de lame mince

Les lames minces montrent que les roches de quatre(4) échantillons sont de nature carbonatée; elles possèdent une texture massive et une structure cryptogranulaire.

Elle est représentée par une matrice carbonatée, constituée essentiellement par de la calcite de taille très fine parfois inférieure à 0.01mm, disposée en pâte cryptogranulaire, englobant de nombreuses formes représentant des débris de microfossiles entièrement recristallisés. La matrice carbonatée, faiblement contaminée par du matériel pelitique (argile), montre également la présence de la dolomite de teinte claire, observée en fines accumulations de taille, de l'ordre de 0.05mm.

Les roches montrent dans le fond une très fine dissémination des hydroxydes de fer, faiblement dispersés.

Composition minéralogique	Teneur (en %)	Forme des grains	Dimensions des grains (mm)
Calcite	53 à 70	Cryptogranulaire	0.01-0.1
Dolomite	01 à 02	Microgranulaire	0.1
Forme organogène	25 à 40	Multiforme	0.2 à 5
Matériel pelitique	01 à 02	Enduit	0.01
Hydroxydes de fer	01 à 03	<i>Enduit</i>	0.05

Tableau IV.1 : Résultats de répartition des minéraux du carbonate de calcium par lame minces.

II.2-L'étude de la section polie

On observé, à l'aide d'un microscope de lumière polarisée réfléchi, une roche carbonatée avec une minéralisation métallifère essentiellement ferrifère. Elle est représentée par des grains d'hématite en forme isolée, faiblement dispersés en dissémination sous forme de sections xénomorphes de taille ne dépassant pas généralement les 0.05mm. Ces sections de grains d'hématite sont généralement recouvertes par un enduit de limonite fortement corrodées par des masses de carbonates recristallisés

Composition minéralogique	Teneur (%)	Forme des grains	Dimensions des grains (mm)
HEMATITE	1	Granulaire-xénomorphe Enduit	0.05
LIMONITE	<1		-

Tableau VI.2 – Résultats de répartition des minéraux de carbonate de calcium par section polie.

L'étude de la lame mince et de la section polie indiquent que les quatre échantillons en question représentent une masse de calcaire qui est renfermé faible et négligeable minéralisation métallifère primaire. On constate une faible dissémination de l'hématite en grains xénomorphes de taille, qui varie entre 0.01 et 0.07 mm et parfois en cristaux entourés par les hydroxydes de fer.

III-LES PARAMETRES PHYSICO-MECANIQUES DU MINERAI

Ces données proviennent du rapport sur l'évaluation du gisement de calcaires de Djebel El Madjène (carbonate de calcium, chaux, granulats et sable de carrière) W. Constantine

- poids volumique moyenne 2.62
- poids spécifique moyenne 2.66
- absorption d'eau moyenne 1.12
- porosité moyenne 6.25
- dureté 3

Au laboratoire de l'ORGM, on a déterminé ces paramètres pour l'échantillon TC1 et le mode opératoire de chaque paramètre est développé dans l'annexe (III).

III.1- Calcul du taux d'humidité de TC1

$$T(\%)=100*(M-Mo)/M]$$

$$M=500 \text{ g} \quad Mo =470 \text{ g} \quad \rightarrow \quad T(\%)=1.94\%$$

III.2- Masse volumique absolue :

$$V_1=400 \text{ ml} \quad ; \quad V_2=282.4 \text{ ml} \quad ; \quad M=300\text{g}$$

$$w = M / (V_1-V_2) = 2.55\text{g/cm}^3$$

III.3- Calcul de la porosité :

V : volume total (apparent)

Vv : volume des vides entre les particules

$$n(\%)= [\text{volume des vides} / \text{volume total}] * 100$$

$$n(\%)=2.11\%$$

III.4- Calcul de la dureté :

On a utilisé la méthode de l'échelle de MOHS, on trouve la dureté: d =3

IV-ANALYSES CHIMIQUES**IV.1-Par fluorescence X**

Les analyses chimiques effectuées par fluorescence X ont été réalisées au niveau du laboratoire central de l'ORGM sur des échantillons représentatifs.

Après quartage et broyage, on respecte le mode opératoire développé dans l'annexe IV. Les analyses chimiques ont donné les teneurs suivantes :

Echt	Teneurs des éléments en %										
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	CaCO ₃	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	PAF
TC1	<0.05	<0.05	0.50	55.58	0.11	99.25	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	43.35
TC2	<0.05	0.26	0.16	54.72	0.22	97.71	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	44.85
TC3	0.08	0.18	0.50	55.63	0.20	99.34	0.06	<0.05	<0.05	<0.05	43.39
TC4	<0.05	0.19	0.21	54.86	0.23	97.96	0.11	<0.05	<0.05	<0.05	43.50

Tableau VI.3 : Résultats des analyses chimiques du tout-venant de carbonate de calcium (TC1, TC2, TC3 et TC4) par fluorescence X

IV.2-Par spectrométrie d'absorption atomique

Les analyses chimiques effectuées par absorption atomique ont été réalisées au niveau du laboratoire central de l'ORGM sur les échantillons représentatifs.

Après quartage et broyage, on respecte le mode opératoire développé dans l'annexe IV. Les analyses chimiques ont donné les teneurs suivantes :

Echantillon	Teneurs des éléments en %			
	Fe	S	Pb	Zn
TC1	0.058	<0.05	<0.05	<0.05
TC2	0.016	<0.05	<0.05	0.0063
TC3	0.024	<0.05	<0.005	<0.005
TC4	0.029	<0.05	<0.005	0.0054

Tableau VI.4 -Résultats des analyses chimiques du tout-venant de carbonate de calcium (TC1, TC2, TC3 et TC4) par l'absorption atomique.

Commentaires : L'analyse chimique du tout-venant des échantillons de TC1, TC2, TC3 et TC4 montre que ces échantillons sont riches en CaCO₃. L'analyse des métaux lourde confirme que ces échantillons ne contiennent pas d'éléments nuisibles, uniquement une légère augmentation des oxydes de fer.

V.DEGRE DE BLANCHEUR DU TOUT-VENANT

Les analyses de degré de blancheur ont été réalisées au niveau de laboratoire central de l'ORGM sur les quatre (04) échantillons de Tout-venant : TC1, TC2, TC3 et TC4

Echantillon	Degré de blancheur en %
TC1	63
TC2	70
TC3	69
TC4	69

Tableau VI.5- Résultats du degré de blancheur de tout-venant de carbonate de calcium (TC1, TC2, TC3, TC4).

VI. ANALYSE GRANULOMETRIQUE

Le but de cette analyse consiste à déterminer les proportions massiques de minerai fragmenté, tout en respectant les standards en matière de classification directe par tamisage, nous avons effectué des analyses granulométrique sur les tout-venants concassés à -5mm, avec une série de tamis de la norme A.F.N.O.R, l'ouverture variant entre 5 mm et 0. 1 mm, le tamisage a été réalisé par voie sèche.

Nous avons effectué, après chaque tamisage successif, une pesée du refus de chaque tamis ; chaque pesée correspond à la masse d'une classe granulométrique des différents échantillons.

VI.1-Présentation des résultats

Echantillon TC1

tamis (mm)	refus (g)	refus %	refus cumulé	tamisat cumulé
5	0	0	0	100
3,15	557,8	20,54	20,54	79,46
2,5	230	8,47	29,01	70,99
1,6	404	14,88	43,89	56,11
1	387	14,25	58,14	41,86
0,5	293	10,79	68,93	31,07
0,25	297,2	10,94	79,87	20,13
0,1	183,5	6,76	86,63	13,37
-0.1	363	13,37	100	0

Tableau IV.6 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC1).

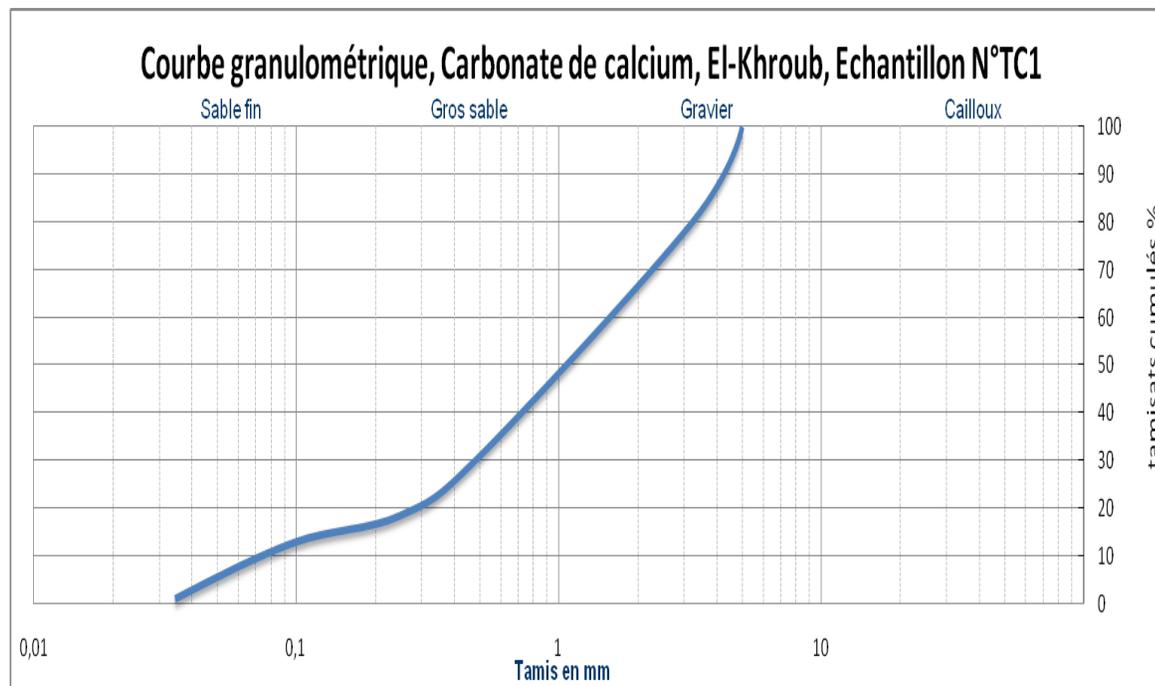


Figure IV.2: Courbe granulométrique représentant la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon TC1.

Echantillon TC2

tamis (mm)	refus (g)	refus %	refus cumulé	tamisat cumulé
5	0	0	0	100
3.15	591	23.19	23.19	76.81
2.5	272	10.67	33.86	66.14
1.6	460	18.05	51.91	48.09
1	350	13.73	65.65	34.35
0.5	185	7.26	72.91	27.09
0.25	297.6	11.68	84.59	15.41
0.1	172.8	6.78	91.37	8.63
-0.1	220	8.63	100	0

Tableau IV.7 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC2).

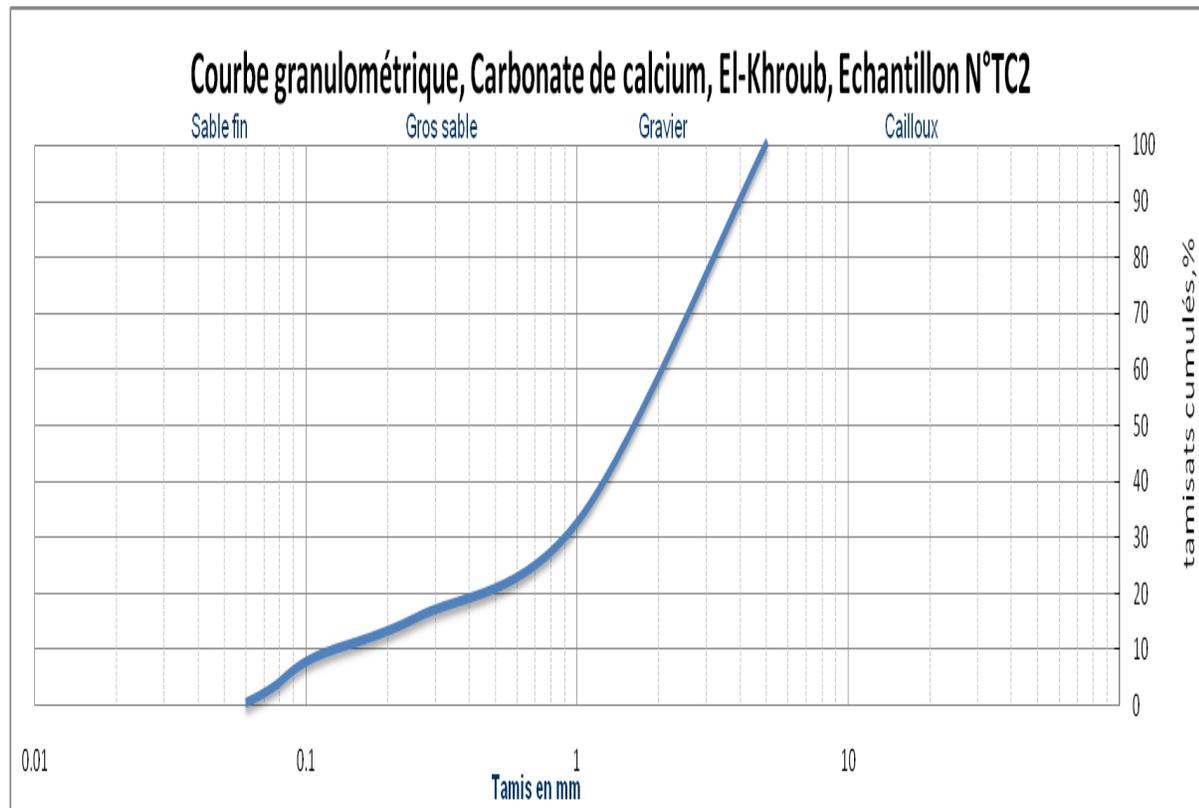


Figure IV.3- Courbe granulométrique représente la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon TC2.

Echantillon TC3

tamis (mm)	refus (g)	refus %	refus cumulé	tamisat cumulé
5	0	0	0	100
3,15	440,4	20,20	20,20	79,80
2,5	257,5	11,81	32,01	67,99
1,6	385,7	17,69	49,70	50,30
1	295,8	13,57	63,27	36,73
0,5	132,7	6,09	69,36	30,64
0,25	231,3	10,61	79,97	20,03
0,1	126,8	5,82	85,78	14,22
-0.1	310	14,22	100	0

Tableau IV.8 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC3).

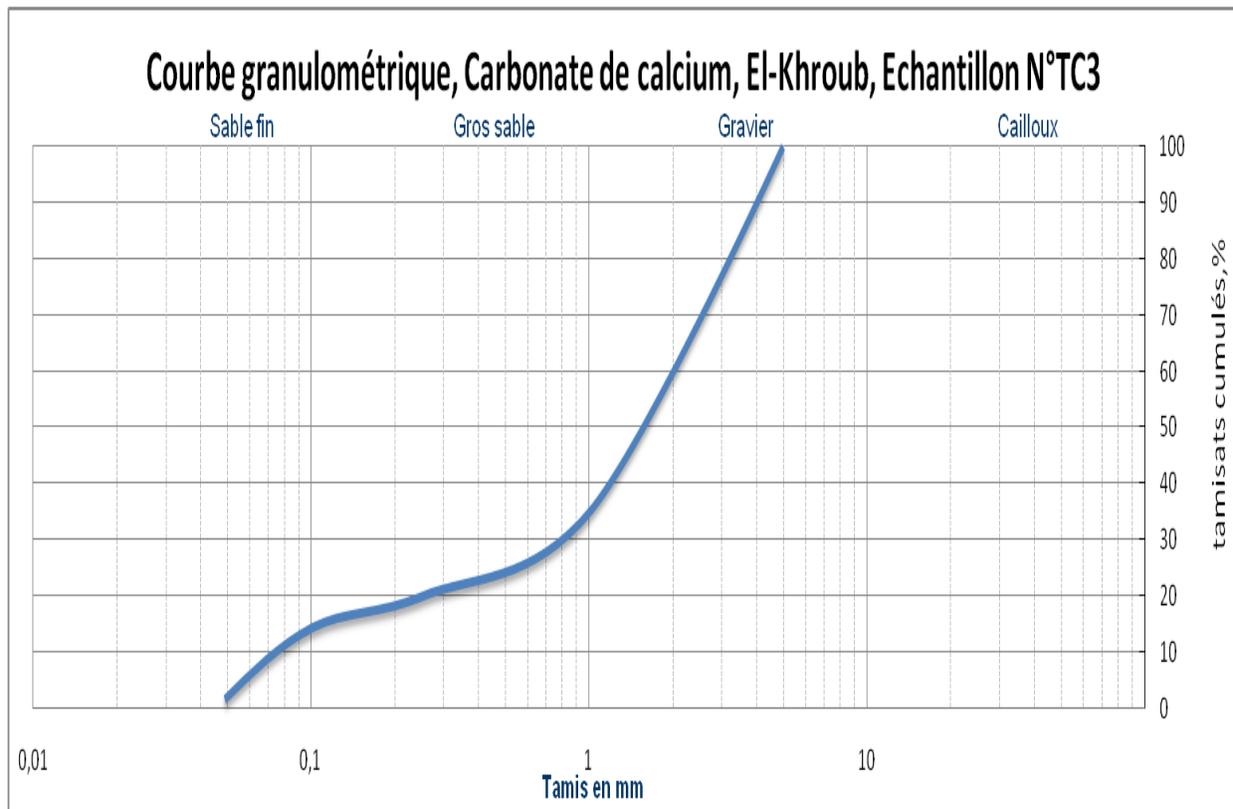


Figure IV.4- Courbe granulométrique représente la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon TC3.

Echantillon TC4

tamis (mm)	refus (g)	refus %	refus cumulé	tamisat cumulé
5	0	0,00	0	100
3,15	450,5	25,49	25,49	74,51
2,5	250,5	14,17	39,66	60,34
1,6	350,5	19,83	59,49	40,51
1	212,7	12,03	71,53	28,47
0,5	89,4	5,06	76,59	23,41
0,25	133,7	7,56	84,15	15,85
0,1	110	6,22	90,38	9,62
-0.1	170,1	9,62	100	0

Tableau IV.9 : Résultats des analyses granulométriques (Echantillon TC4).

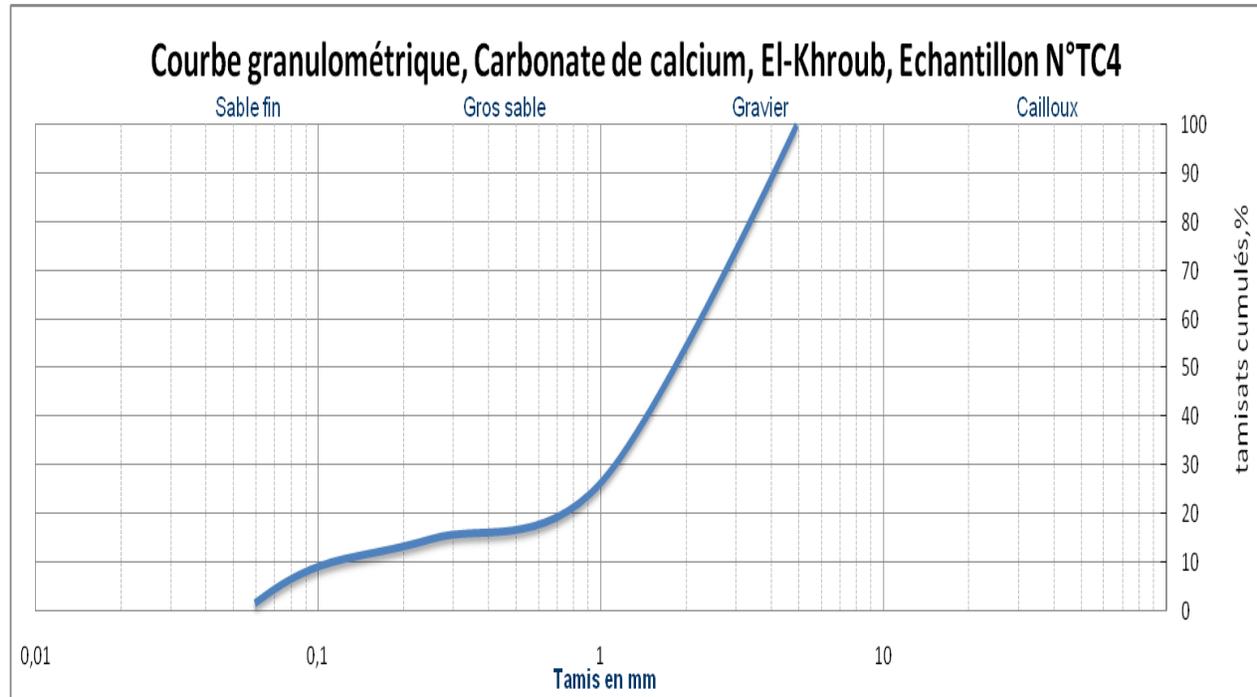


Figure IV.5- Courbe granulométrique représente la variation des tamisats cumulés(%), en fonction de l'ouverture des tamis (mm), Echantillon TC4.

VI.2-Interprétation des résultats

Au point de vue granulométrique, les échantillons sont distribués presque uniformément sur les différentes classes, avec une légère augmentation dans les classes supérieures à 1 mm.

VII. ANALYSE GRANULOCHEMIQUE

Pour voir la répartition du carbonate et les éléments associés, nous avons effectué une analyse granulochimique sur toutes les classes granulométriques. Cette analyse permet en quelque sorte de préciser l'enrichissement ou bien l'appauvrissement des différentes classes granulaires en éléments valorisables avant et après fragmentation.

Les 08 classes des quatre échantillons sont analysées par la fluorescence X (Annexe IV). Ces analyses granulochimique ont été effectuées au laboratoire central de l'ORGM.

VII.1-Présentation des résultats

Echantillon 1

Classe granulométrique	Rendement γ %	Teneurs des éléments, en %									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
+3.15	20,54	0.87	0.33	0.029	55.67	0.22	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.67
-3.15+2.50	8,47	<0.05	0.18	0.038	55.77	0.16	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.82
-2.50+1.6	14,88	1.78	0.53	0.035	55.43	0.27	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.21
-1.6+1	14,25	1.01	0.54	0.036	54.61	0.21	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	97.75
-1+0.5	10,79	<0.05	0.17	0.039	55.71	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.72
-0.5+0.25	10,94	2.29	0.98	0.042	55.75	0.29	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.79
-0.25+0.1	6,76	0.05	0.28	0.055	55.43	0.17	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.21
-0.1	13,37	<0.05	0.21	0.065	56.46	0.16	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.27

Tableau IV.10 : Résultats des analyses granulochimique (EchantillonTC1).

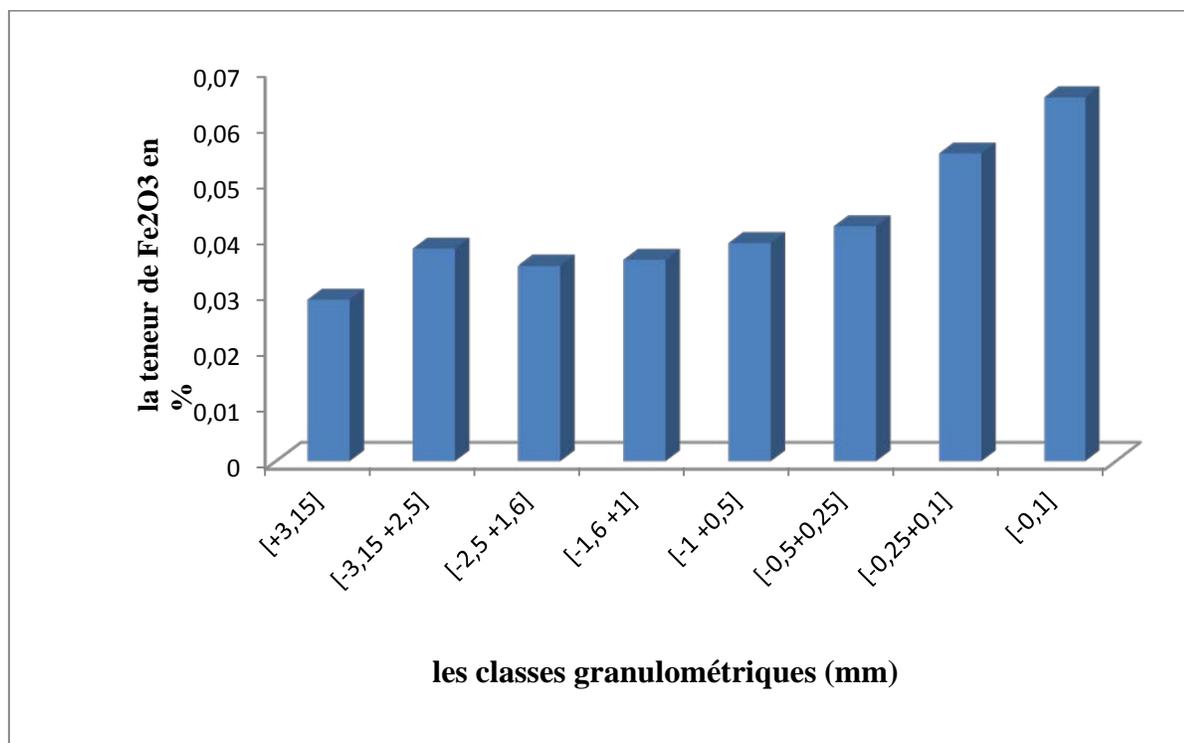
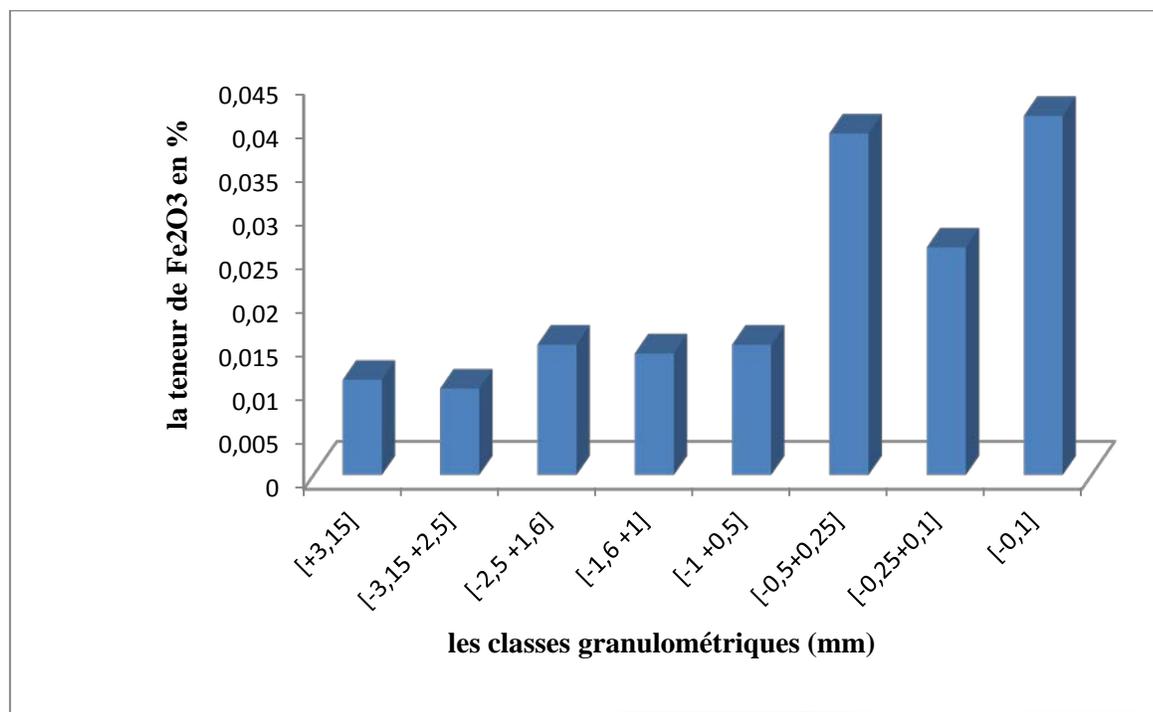


Figure IV.6 : Histogramme de la répartition de teneur en Fe₂O₃ des classes granulométriques de l'échantillon TC1

Echantillon TC2

Classe granulométrique	Rendement γ %	Teneurs des éléments, en %									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
+3.15	21,76	0.29	0.60	0.011	55.36	0.14	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.34
-3.15+2.50	10,02	<0.05	0.19	0.010	55.29	0.08	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	98.96
-2.50+1.6	16,94	<0.05	0.05	0.015	55.61	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.54
-1.6+1	12,89	<0.05	<0.05	0.014	55.61	0.08	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.54
-1+0.5	6,81	<0.05	<0.05	0.015	55.54	0.08	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.41
-0.5+0.25	10,96	0.49	0.37	0.039	55.41	0.15	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.18
-0.25+0.1	6,36	<0.05	0.14	0.026	55.46	0.08	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.27
-0.1	8,10	<0.05	0.31	0.041	55.36	0.09	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.09

Tableau IV.11 : Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC2).

Figure IV.7-Histogramme de la répartition de teneur en Fe₂O₃ des classes granulométriques de l'échantillon TC2

Echantillon TC3

Classe granulométrique	Rendement γ %	Teneurs des éléments, en %									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
+3.15	20,20	<0.05	0.20	0.014	55.53	0.15	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.39
-3.15+2.50	11,81	<0.05	0.19	0.016	54.29	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	97.17
-2.50+1.6	17,69	<0.05	0.16	0.020	56.00	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.68
-1.6+1	13,57	<0.05	<0.05	0.022	55.94	0.13	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.59
-1+0.5	6,09	<0.05	<0.05	0.021	55.97	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.62
-0.5+0.25	10,61	<0.05	0.39	0.027	56.12	0.16	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.89
-0.25+0.1	5,82	0.90	0.42	0.040	54.99	0.15	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	97.88
-0.1	14,22	0.31	0.48	0.037	56.08	0.20	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.82

Tableau IV.12 : Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC3).

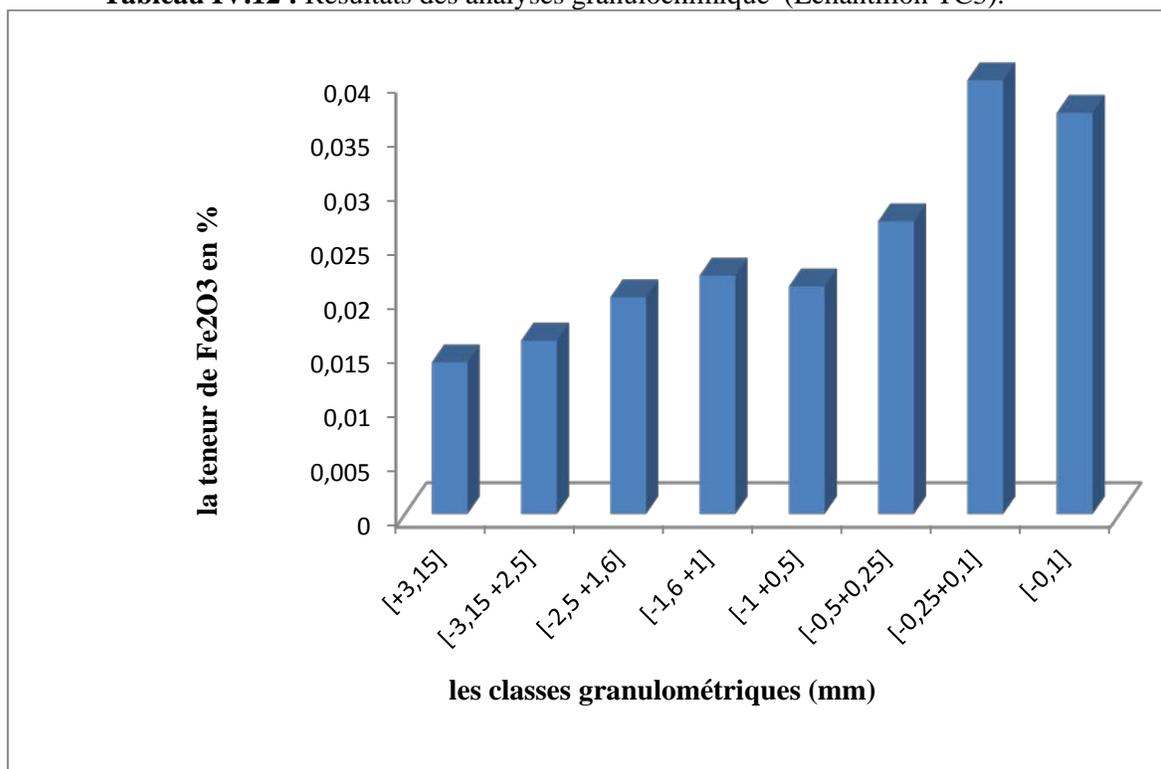


Figure IV.8 -Histogramme de la répartition de teneur en Fe₂O₃ des classes granulométriques de l'échantillon TC4

Echantillon TC4

Classe granulométrique	Rendement $\gamma\%$	Teneurs des éléments, en %									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
+3.15	25,49	0.06	0.20	0.020	56.04	0.16	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.75
- 3.15+2.50	14,17	<0.05	0.14	0.019	56.10	0.20	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.85
-2.50+1.6	19,83	<0.05	0.17	0.023	56.16	0.23	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.96
-1.6+1	12,03	<0.05	0.22	0.021	56.03	0.20	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.73
-1+0.5	5,06	<0.05	<0.05	0.017	56.00	0.15	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.68
-0.5+0.25	7,56	<0.05	0.11	0.030	55.70	0.14	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.14
-0.25+0.1	6,22	<0.05	<0.05	0.030	56.07	0.16	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.80
-0.1	9,62	<0.05	0.16	0.040	56.02	0.16	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.72

Tableau IV.13 : Résultats des analyses granulochimique (Echantillon TC4).

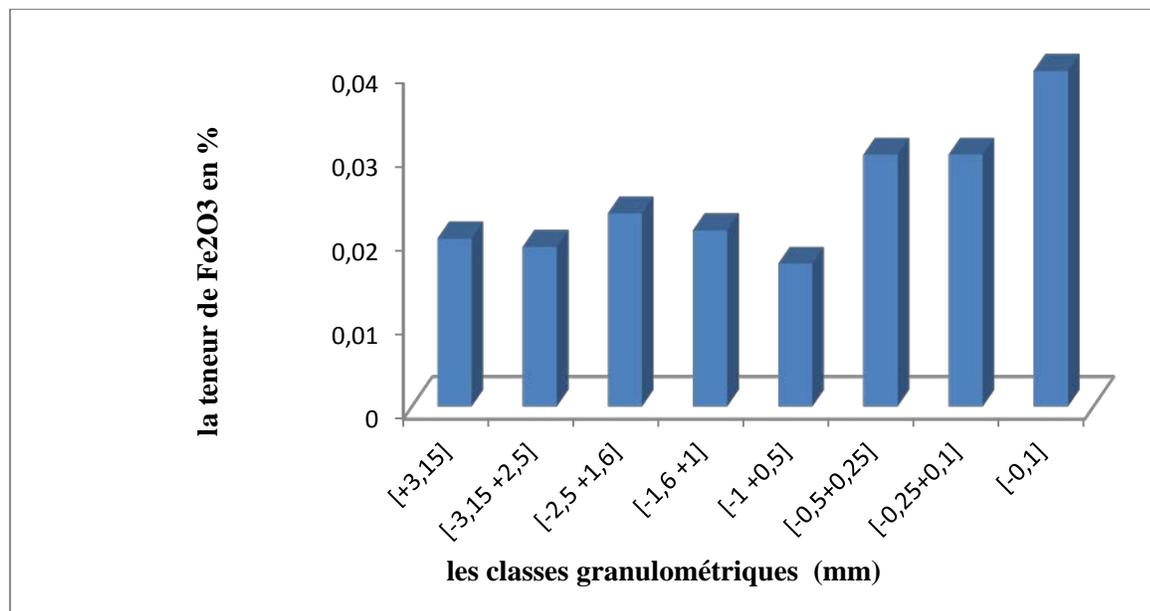


Figure IV.9 -Histogramme de la répartition de teneur en Fe₂O₃ des classes granulométriques de l'échantillon TC4.

VII.2. Interprétation des résultats

Analyse chimique de ces classes a démontré que le minerai de TC1, TC2, TC3 et TC4 sont riches en CaCO₃ de teneur pratiquement la même dans toutes les classes. Pour l'élément nuisible de qualité le Fe₂O₃, on la trouvera uniformément réparties dans toutes les classes avec une augmentation dans les classes inférieure à 1mm.

CHAPITRE V
ENRICHISSEMENT DU
CARBONATE DE CALCIUM

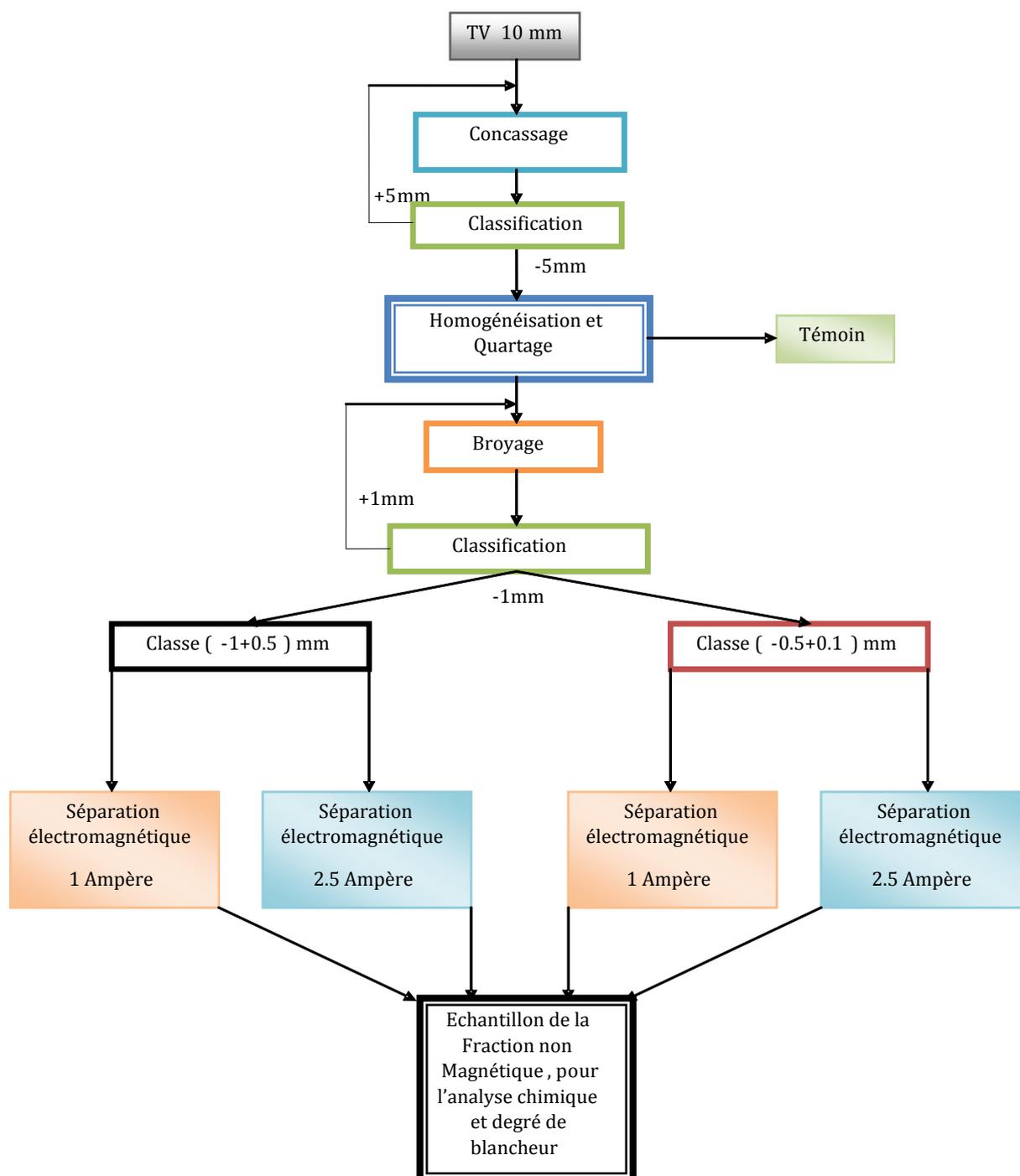
PARTIE I : AMELIORATION DE L'INDICE DE BLANCHEUR DU CARBONATE DE CALCIUM**I-ENRICHISSEMENT PAR SEPARATION ELECTROMAGNETIQUE****I.1-Déroulement de l'expérience**

Figure V.1 : Schéma de préparation des échantillons de carbonate de calcium pour enrichissement par séparation électromagnétique.

D'après les analyses granulométriques des différents échantillons de carbonate de calcium TC1, TC2, TC3, et TC4, les tranches [-1, +0.5] et [-0.5, +0.1] possèdent une quantité un peu élevée en l'élément nuisible (Fe_2O_3) ; à cet effet , on a pratiqué des essais de séparation électromagnétique pour l'éliminer.

I.2- Conditions opératoires

Les essais de séparation électromagnétique ont été réalisés au laboratoire central de l'ORGM.

Le séparateur utilisé est de type, « CAPRICO » (USA), à rouleau denté ; ses caractéristiques techniques sont les suivantes :

- Vibration : 30 vibrations /mn ;
- Vitesse de rotor : 30 tr/mn ;
- Intensité : 1Ampère et 2.5 Ampères.

Le mode d'utilisation de cette machine consiste à être alimenté en minerai par le biais d'une trémie, laissant s'écouler le tout-venant sur une bande transporteuse, sous forme de minces couches ; pour assurer une bonne séparation des grains magnétiques ; le poids de chaque prise d'essai est de 500gr.

I.3-Présentation des résultats

A la fin de la séparation de chaque classe granulométrique étudiée, on a effectué des analyses chimiques pour les fractions non magnétiques, afin de connaître le taux d'élimination des impuretés en fer. Les résultats des ces essais apparaissent dans les tableaux suivants (Tableau V.1)

ECHANTILLON TC1

Classe granulométrique	Ampérage (A)	Classe	Rendement γ %	Analyse des éléments majeurs (%) (TC1)									
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
(-1+0.5) mm	1	FNM	99.72	<0.05	0.15	0.032	56.12	0.15	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.89
		FM	0.28	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2.5	FNM	99.64	<0.05	0.05	0.013	56.01	0.17	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.69
		FM	0.36	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
(-0.5+0.1) mm	1	FNM	99.74	<0.05	0.05	0.049	55.70	0.20	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.14
		FM	0.26	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2.5	FNM	99.46	<0.05	0.11	0.044	55.80	0.21	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.38
		FM	0.54	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Tableau V.1: Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon TC1).

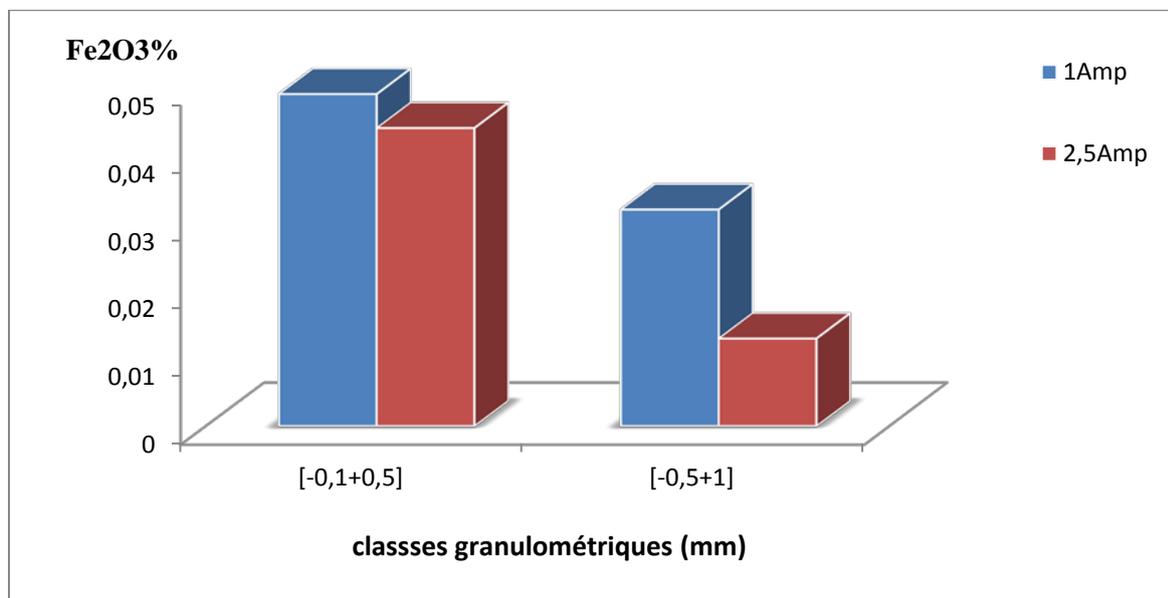


Figure V.2 : Histogramme de répartition de Fe₂O₃%, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC1 sous différentes intensités (FNM)

ECHANTILLON TC2

Classe granulométrique	Ampérage (A)	Classe (mm)	Rendement γ %	Analyse des éléments majeurs (%) (TC2)									
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
(-1+0,5) mm	1	FNM	99.62	<0.05	0.05	0.013	56.13	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.91
		FM	0.38	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2.5	FNM	99.62	<0.05	0.10	0.012	56.01	0.10	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.84
		FM	0.38	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
(-0,5+0,1) mm	1	FNM	99.54	<0.05	0.07	0.019	55.90	0.10	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.50
		FM	0.46	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2.5	FNM	99.22	<0.05	0.09	0.017	55.97	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.62
		FM	0.78	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Tableau V.2 : Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon TC2).

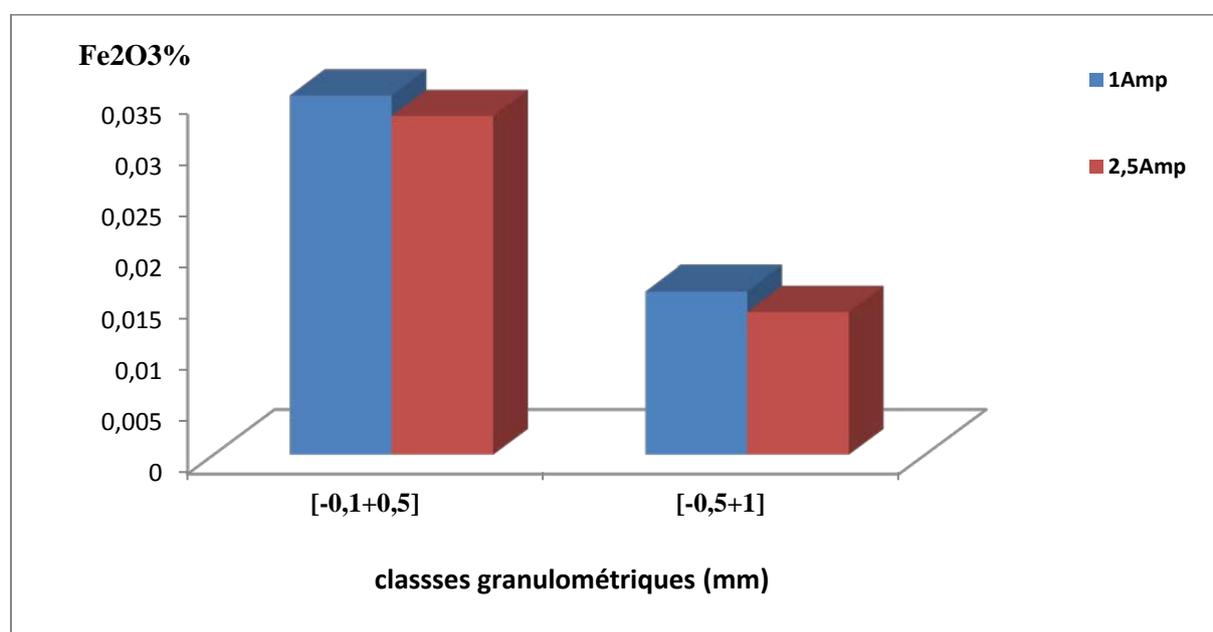


Figure V.3-Histogramme de répartition de Fe₂O₃%, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC2 sous différentes intensités (FNM)

Echantillon TC3

Classe granulométrique	Ampérage (A)	Classe (mm)	Rendement γ %	Analyse des éléments majeurs (%) (TC3)									
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
(-1+0,5) mm	1	FNM	99.72	<0.05	0.13	0.020	56.17	0.12	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.98
		FM	0.28	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2,5	FNM	99.60	<0.05	<0.05	0.019	54.96	0.18	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	97.82
		FM	0.40	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
(-0,5+0,1) mm	1	FNM	99.72	<0.05	<0.05	0.032	56.14	0.11	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.92
		FM	0.28	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2,5	FNM	99.68	<0.05	0.08	0.027	56.04	0.17	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.75
		FM	0.32	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Tableau.3: Résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon TC3).

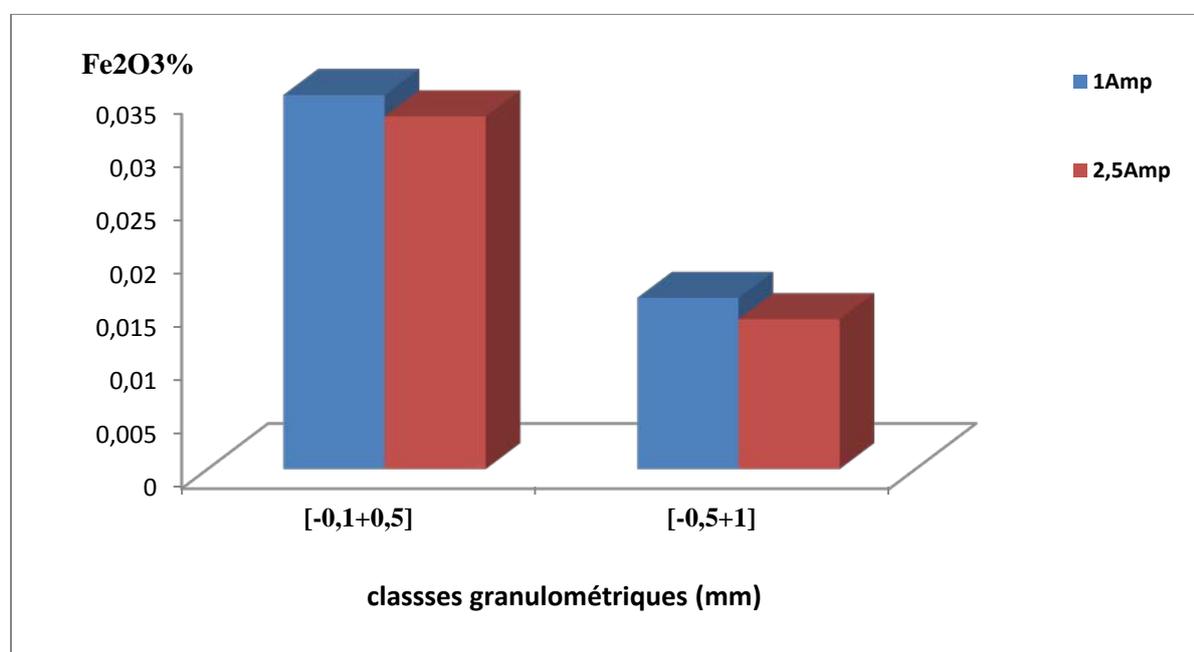


Figure V.4-histogramme de répartition de Fe₂O₃%, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC3 sous différentes intensités (FNM)

Echantillon TC4

Classe granulométrique	Ampérage (A)	Classe (mm)	Rendement γ %	Analyse des éléments majeurs (%) (TC4)									
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃
(-1+0.5) mm	1	FNM	99.76	<0.05	0.08	0.016	56.12	0.22	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.89
		FM	0.24	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2.5	FNM	99.60	<0.05	<0.05	0.014	56.09	0.15	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.84
		FM	0.40	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
(-0.5+0.1) mm	1	FNM	99.78	<0.05	0.09	0.035	56.07	0.25	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	99.76
		FM	0.22	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2.5	FNM	99.62	<0.05	0.50	0.033	55.23	0.17	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	98.30
		FM	0.38	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Tableau V.4 : résultats d'analyses chimiques et des rendements pondéraux après séparation électromagnétique (Echantillon TC4)

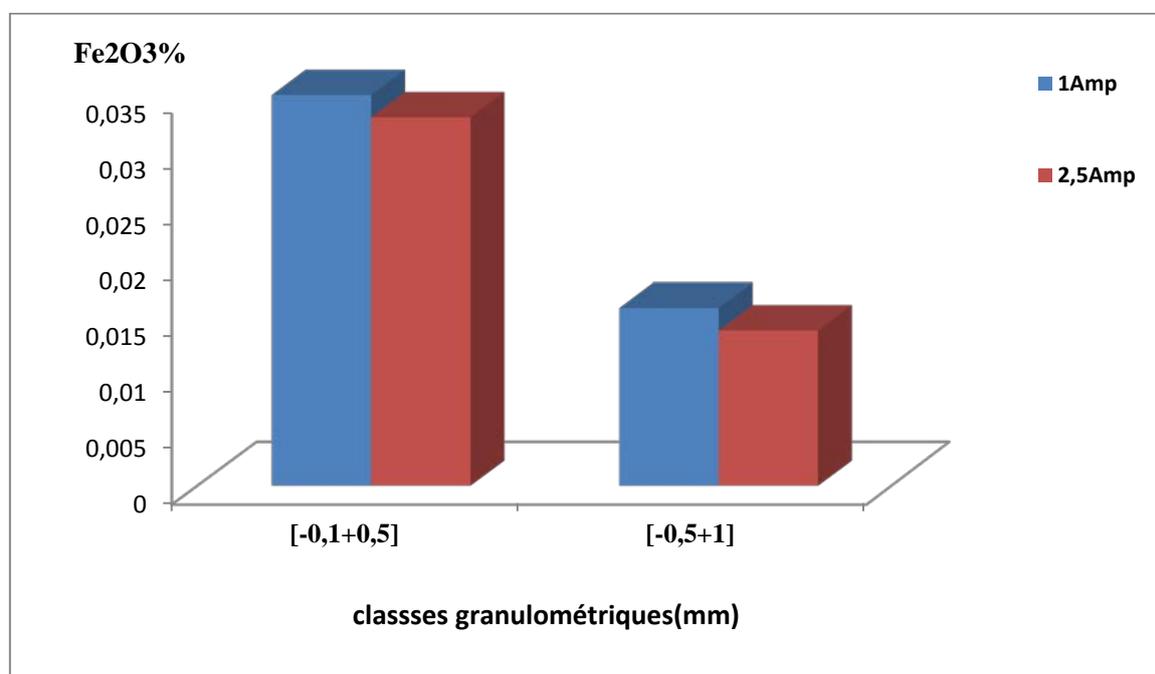


Figure V.5-histogramme de répartition de Fe₂O₃%, après séparation électromagnétique de l'échantillon TC4 sous différentes intensités (FNM)

I.4-Degré de blancheur des produits finaux après séparation électromagnétique:

L'objet de l'élimination du fer par séparation électromagnétique a consisté à montrer l'influence de cette méthode sur le degré de blancheur de la poudre de carbonate de calcium ; pour cela, on a mesuré l'indice de blancheur de la fraction non magnétique obtenue des classes granulométriques [-0.1+0.5] et [-0.5+1.0]

Echantillon	Classe granulométrique (mm)	Degré de blancheur en %
TC1	(-1+0.5) mm	83
	(-0.5+0.1) mm	81
TC2	(-1+0.5) mm	89
	(-0.5+0.1) mm	87
TC3	(-1+0.5) mm	86
	(-0.5+0.1) mm	84
TC4	(-1+0.5) mm	85
	(-0.5+0.1) mm	85

Tableau V.5 : Degré de blancheur après séparation électromagnétique.

I.5-Interprétation des résultats

En se référant aux résultats des essais réalisés, on peut conclure que:

- On a éliminé l'élément de coloration Fe_2O_3 à [-0.05%] dans la fraction non magnétique de deux classes [-1+0.5] mm et [-0.5+0.1] mm des quatre échantillons TC1, TC2, TC3 et TC4 ;
- Ces classes granulométriques possèdent des aptitudes à un meilleur enrichissement par la méthode de séparation électromagnétique à haute intensité, sous 2.5 Ampères ;
- D'après le degré de blancheur initial des échantillons TC1, TC2, TC3 et TC4 qui varie entre 63% et 70%, on a obtenu une amélioration par séparation électromagnétique, passant de 83% à 89%.

II. ENRECHISSEMENT PAR ATTRITION PAR REACTIF CHIMIQUE**II.1- Déroulement de l'expérience**

Les opérations d'attrition par de la dithionite de sodium (hydrosulfite de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) et par l'hypochlorite de sodium (l'eau de javel) ont été effectuées au laboratoire de traitement du Département Génie Minier (ENP). Pour le tout-venant en minerai de carbonate de calcium, quatre échantillons TC1, TC2, TC3 et TC4 ont été sélectionnés. Le principe de réactif chimique utilisé consiste à blanchir le carbonate de calcium par enlèvement les oxydes de fer ; l'élément nuisible pour cela on effectue l'analyse de degré de blancheur après l'attrition pour chaque échantillon avec pour objectif d'améliorer la blancheur à l'aide d'un lavage au réactif chimique.

II.2- Les conditions opératoires

Pour les essais de l'attrition, on a utilisé

- Cellule de flottation de type « DENVER » ;
- Rapport solide/liquide S/L=1;
- La concentration est : 10%, 1%, 0,25%, et 0.1% de dithionite de sodium ;
32°, 12°, 5° et 1.7° d'hypochlorite de sodium ;
- Durée de l'attrition : 30mn pour la dithionite de sodium ;
10 mn pour l'hypochlorite de sodium;
- Poids de la prise d'essai : 50gr

II.3- Présentation des résultats

A la fin des opérations d'attrition, on a filtré les échantillons, puis on a pratiqué le séchage. Ensuite, on a mesuré le degré de blancheur pour chaque échantillon et on a reporté les résultats dans les tableaux (V.6), (V.7). Ceux-ci sont représentés par des histogrammes, indiquant la variation de la blancheur, en fonction de la concentration en réactif chimique.

Concentration de dithionite de sodium(%)	Degré de blancheur (%)			
	TC1	TC2	TC3	TC4
10	71	79	76	76
1	81	89	85	86
0.25	83	90	87	87
0.1	82	89	85	85

Tableau V.6-Degré de blancheur, après attrition par la dithionite de sodium des échantillons de carbonate de calcium TC1, TC2, TC3 et TC4 sous différentes concentrations

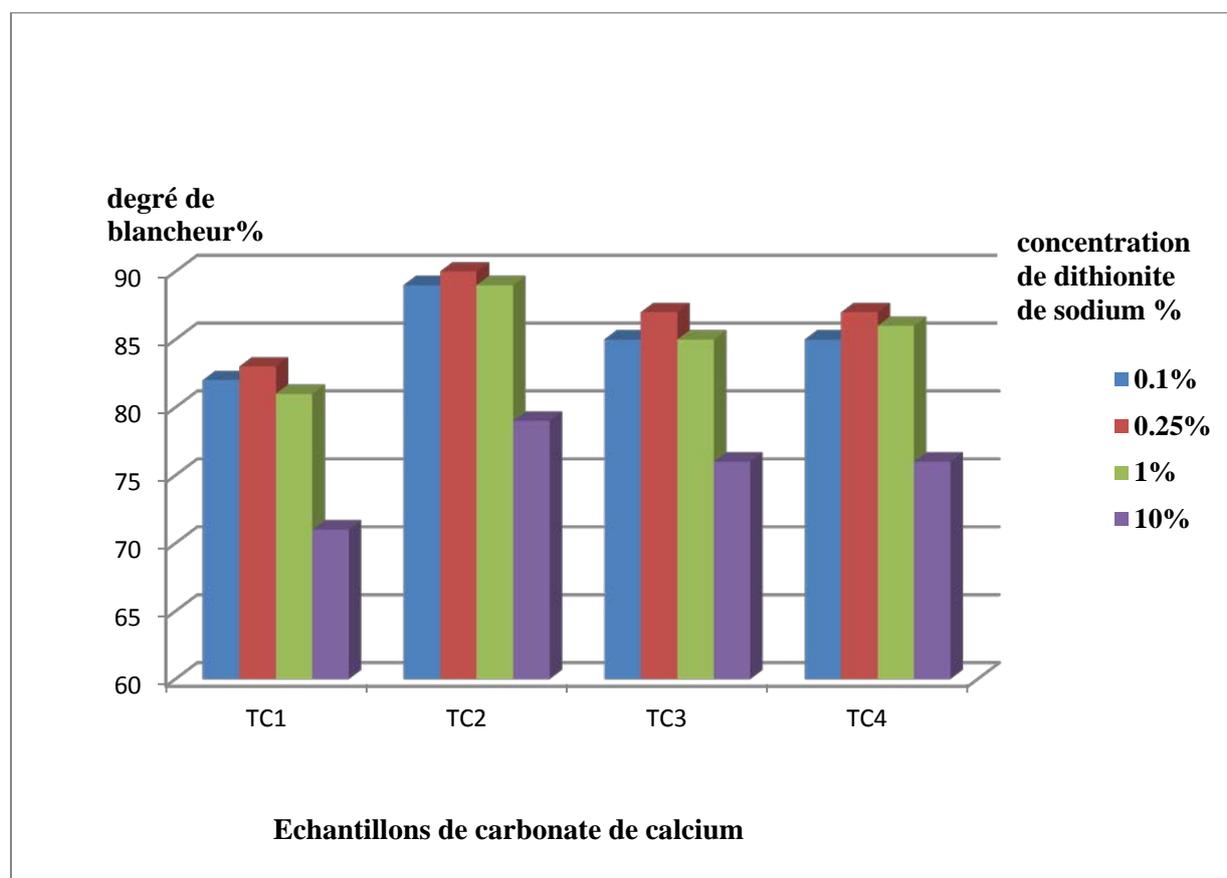


Figure V.6 : Histogramme, portant sur la variation du degré de blancheur, en fonction de la concentration en dithionite de sodium des quatre échantillons de carbonate de calcium

Concentration de l'eau de javel(°)	Degré de blancheur (%)			
	TC1	TC2	TC3	TC4
32°	84	88	85	84
12°	86	90	88	88
5°	85	86	86	86
1.7°	84	85	85	84

Tableau V.7 : Degré de blancheur après attrition par l'eau de javel des échantillons de carbonate de calcium TC1, TC2, TC3 et TC4, sous différentes concentrations

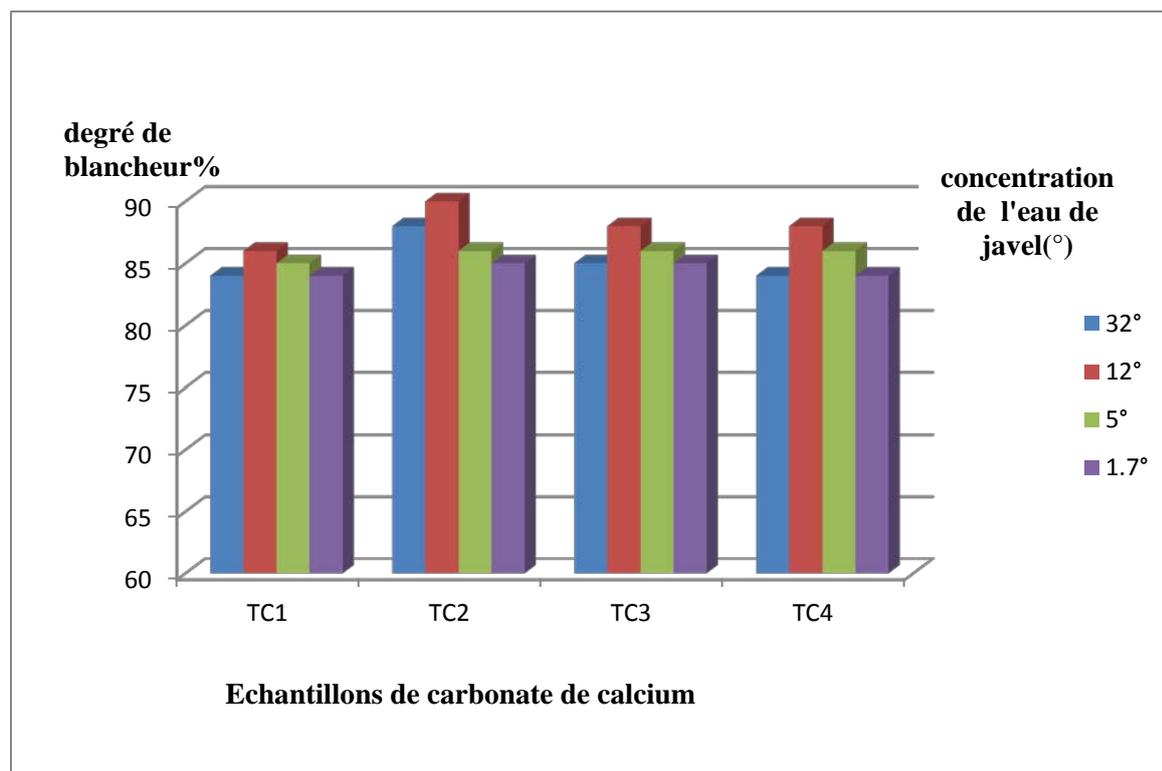


Figure V.7-histogramme sur la variation de degré de blancheur, en fonction de la concentration de l'eau de javel des quatre échantillons de carbonate de calcium

II.5-Interprétation des résultats

D'après les résultats obtenus, lors du lavage par la dithionite de sodium et par l'eau de javel, on peut conclure que :

- L'indice de blancheur du tout-venant de CaCO_3 a fortement augmenté, passant initialement de 63% à 70% et à la suite de l'attrition par l'hydrosulfite de sodium il progresse entre 83% et 90% ou par l'hypochlorite de sodium de 84% à 90% ;
- La concentration efficace de l'hydrosulfite de sodium pour améliorer la blancheur varie 0.1% et 0.25%, soit de 1000gr à 2500gr par tonne de minerai ;
- La concentration efficace de l'eau de javel est de 12°, il en est de même pour une concentration inférieure à 12° donnant de bons résultats selon les normes d'amélioration de l'indice de blancheur ;
- A un moment donné, la concentration efficace de la dithionite de sodium, peut être remplacée par la concentration efficace de l'eau de javel, pour l'amélioration de l'indice de blancheur.

III. ENRICHISSEMENT PAR FLOTTATION

III.1- Etude de broyabilité

Le but de cette étude consiste à déterminer le temps nécessaire, pour obtenir une bonne libération des minéraux utiles de carbonate de calcium TC1 et 80% de la quantité de la classe inférieure à 0.074 mm ($d_{80}=0.074$ mm)

Le broyage a été effectué au laboratoire de valorisation des minerais à l'ORGM, à l'aide un broyeur à boulets de différentes dimensions, en respectant les conditions suivantes :

- Charge broyante 3.5kg ,
- le broyage est réalisé par voie sèche.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Temps de broyage (mn)	% de la classe -80 μ m
10	45.60
15	64.75
20	81.30

Tableau V.8 -Variation de la quantité de la classe [-74 μ m], en fonction des temps de broyage.

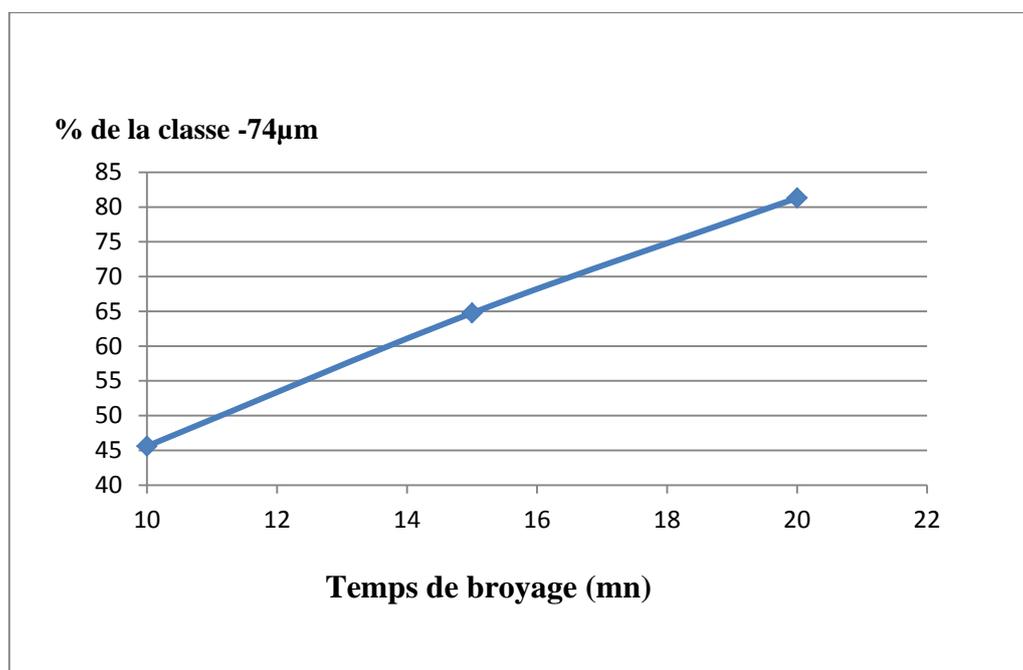
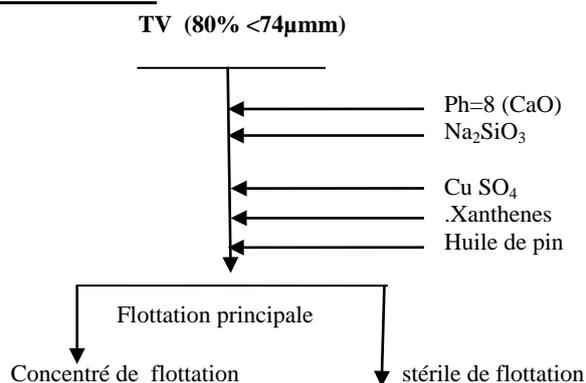


Figure V.8 -Variation de la quantité de la classe [-74 μ m], en fonction des temps de broyage

Discussion : l'étude de la broyabilité nous a permis d'opter pour une durée de 20 mn, afin d'obtenir une meilleure libération des minéraux et une quantité de 80% de la class [74 μ m] ($d_{80}=0.074$ mm)

III.2-Procédure expérimental de la flottation :**Figure V.9-** Schéma de flottation

La flottation a été réalisée dans une cellule de type « DENVER ». Les conditions opératoires étaient les suivantes :

- vitesse de rotation : 1000 tr/mn ;
- rapport S/l = 50% ;
- Poids de la prise d'essai: 500gr (avec un $d_{80} = -0.074$ mm) ;
- Temps de flottation : 3.5mn et 7mn ;
- Quantité de collecteur : 3.5 mm et 7mm.

III.3-Régime de flottation :

Produit	Qté (g/t)	Temps de conditionnement (mn)
CaO (PH=8)	1350	-
ZnSO ₄ (déprimant)	200	3
Na ₂ SO ₄ (activant)	150	3
Xanthate (collecteur)	100	2
Huile de pin (moussant)	50	1

Tableau V. 9-Schéma quantitatif des réactifs utilisés en flottation**III.4-Présentation des résultats**

L'objectif des essais de flottation du carbonate de calcium TC1 consiste à éliminer les sulfures des métaux et à avoir une influence à partir de ces essais sur l'indice de blancheur dans le concentré obtenu en faisant varier la quantité du collecteur et la durée de la flottation.

Temps de flottation (mn)	2.5	3.5	5	7.0
Quantité de collecteur (mm)	3.5	3.5	3.5	3.5
Degré de blancheur (%)	79	80	79	79

Tableau V. 10- Schéma de variation de degré de blancheur en fonction de temps de flottation de l'échantillon TC1 de carbonate de calcium

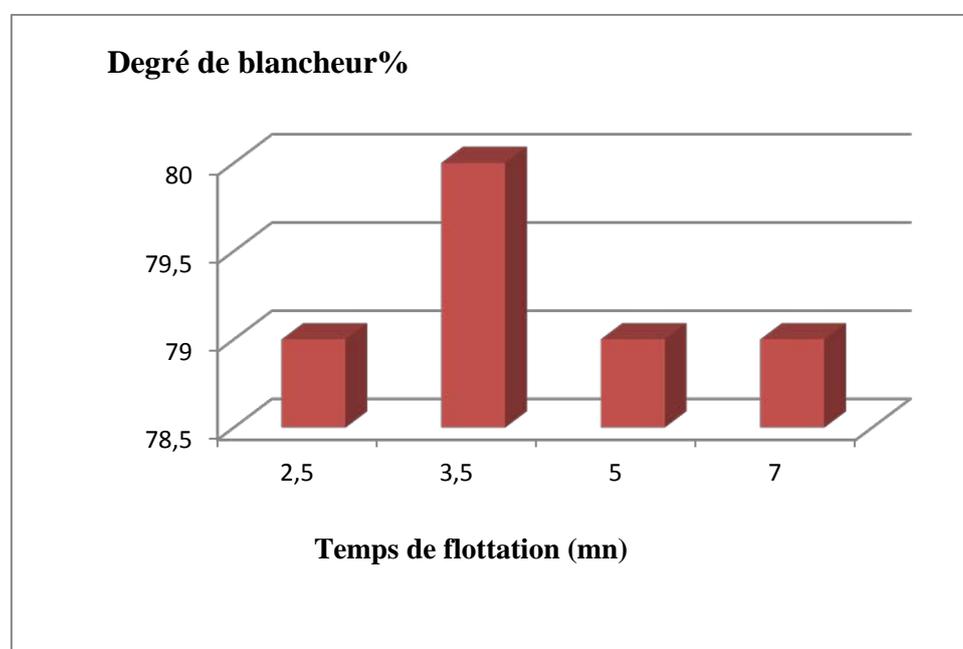


Figure V.10- Histogramme sur la variation de degré de blancheur en fonction de temps de flottation de l'échantillon (TC1), de carbonate de calcium

Temps de flottation (mn)	3.5	3.5	3.5
Quantité de collecteur (mm)	3.5	5.0	7.5
Degré de blancheur (%)	80	77	75

Tableau V. 11- Schéma de variation de degré après flottation de blancheur en fonction de quantité de collecteur de l'échantillon TC1, de carbonate de calcium.

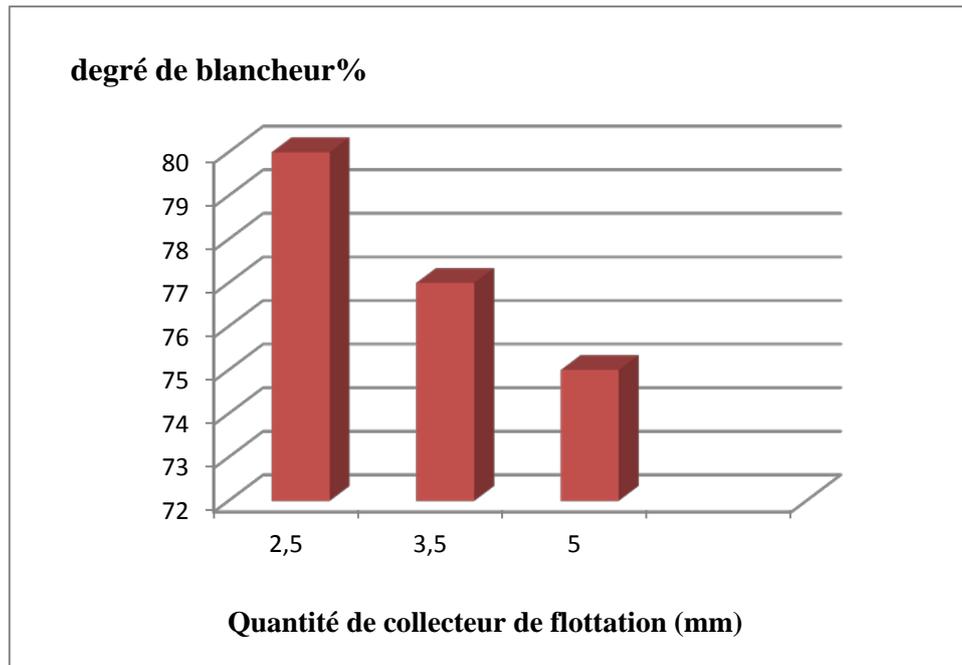


Figure V.11- Histogramme sur la variation de degré de blancheur en fonction la quantité de collecteur, lors de flottation de l'échantillon (TC1) de carbonate de calcium

III.5-Interprétation des résultats

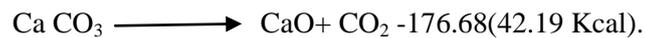
Afin d'améliorer le degré de blancheur de carbonate de calcium, on a effectué des essais de flottation et d'après ces essais on a conclut que

- En fonction de temps de flottation, la variation du degré de blancheur est négligeable ;
- Le meilleur résultat obtenu de l'indice de blancheur, lorsqu'on a une petite quantité de collecteur, à cause de sa coloration bleue, sur la blancheur du carbonate de calcium ;
- Les essais de flottation n'ont pas d'influence sur la blancheur du carbonate de calcium, lorsqu'on utilise ce collecteur.

PARTIE II : ESSAIS DE PRODUCTION DE LA CHAUX**I. Introduction**

Le caractère commun des différents types de chaux est la présence d'oxyde ou d'hydroxyde de calcium, qu'on obtient généralement par cuisson de roches calcaires, aux environs de 1000°C.

La chaux est produite par la décomposition thermique de la roche calcaire, à 900°C, selon cette réaction :



La vitesse de décomposition commence à une température plus basse (700°C), cependant la vitesse de décomposition est très faible.

Il faut donc retenir, que la vitesse de décomposition est liée à la température de cuisson de la nature de la roche mère et des dimensions des pierres calcaires, dont le calibrage de 20 à 140 mm pour les fours verticaux et de 5 à 40 mm pour les fours rotatifs.

II. Déroulement de l'expérience

L'opération de calcination a été effectuée à l'ORGM et à l'ENP dans un four à une température de 900°.

A l'ENP, on a effectué la calcination pour un tout venant de minerai de carbonate de calcium sur quatre échantillons TC1, TC2, TC3, et TC4, afin de constater l'influence de cette opération sur le degré de blancheur, et ce, en fonction de la durée de rétention.

Au laboratoire de l'ORGM, on a pratiqué la calcination pour les classes granulométriques, (-0.1+0.5) et (-0.5+1.0), avec des temps variant entre 20 mn et 60 mn, la prise d'essai étant de 25 g de minerai

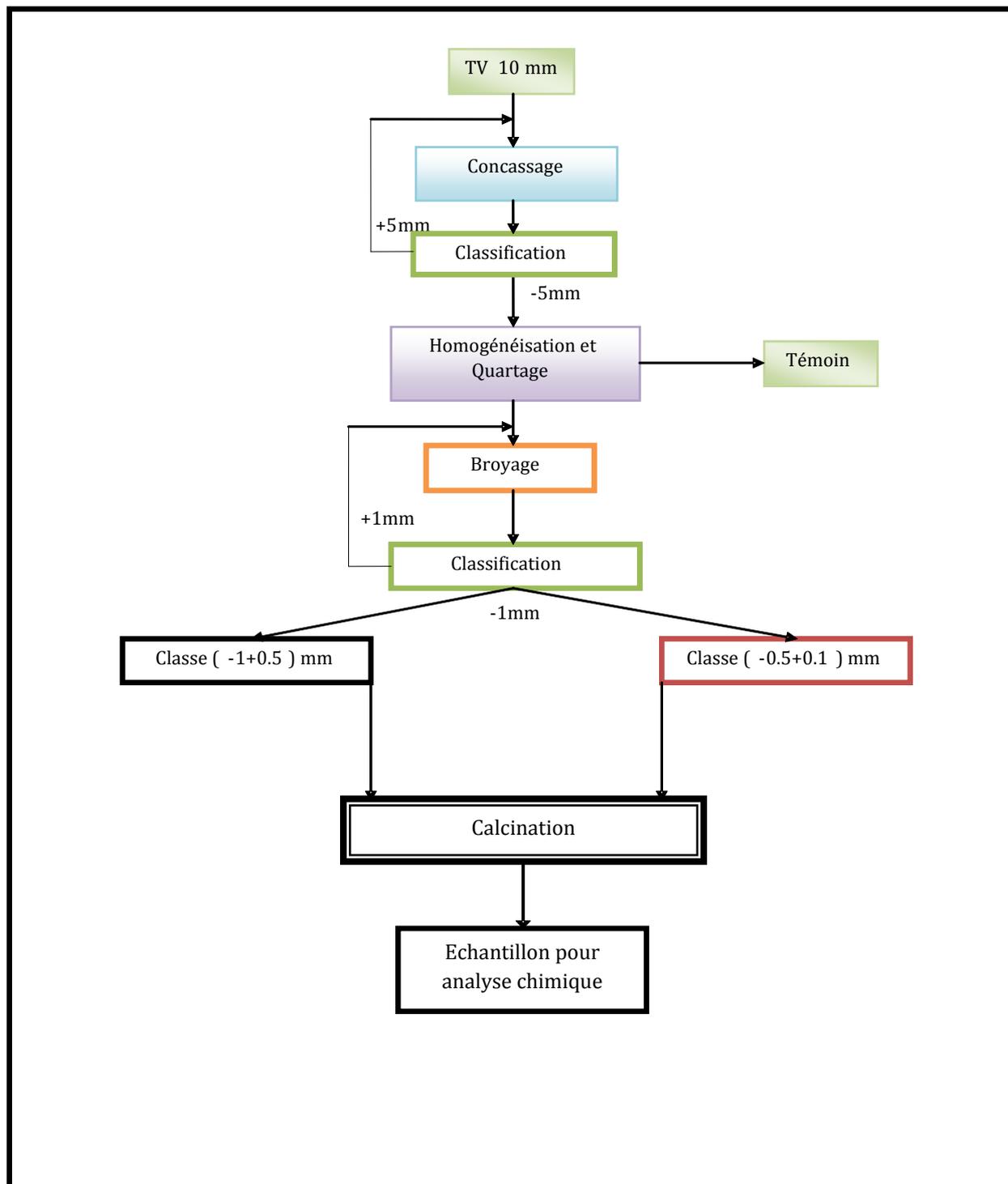


Figure V.12 : Schéma de préparation des échantillons de carbonate de calcium pour le traitement par calcination

III. Présentation des résultats**III.1-Calcination de tout-venant**

Après calcination de tout venant en carbonate de calcium qui a été effectuée au laboratoire de l'ENP, on a pratiqué l'analyse de degré de blancheur de chaque échantillon ; les résultats de ces essais apparaissent dans le tableau suivant (Tableau VI.1)

Temps (mn)	Degré de blancheur %			
	TC1	TC2	TC3	TC4
0	63	70	69	69
30	81	85	82	82
60	90	92	91	91

Tableau V.12 : Le degré de blancheur des différents échantillons en fonction de temps de calcination.

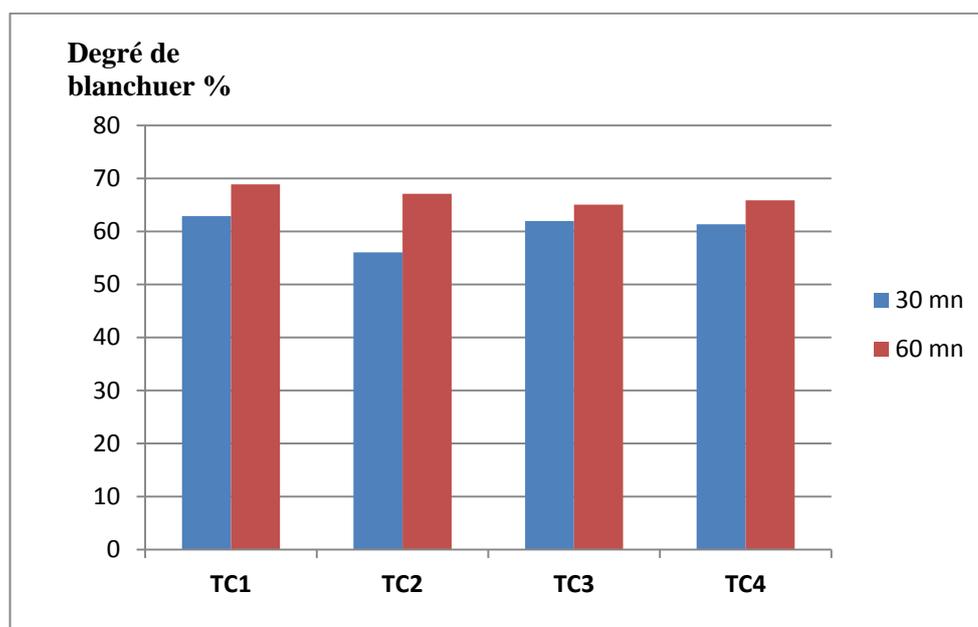


Figure V.13 : Histogramme sur le degré de blancheur, en fonction du temps de calcination

III.2-calcination des deux classes

A la fin de la calcination de deux classes granulométriques (-0.1+0.5), (-0.5+1.0) du minerai de carbonate de calcium, effectuée au laboratoire central de l'ORGM, on a effectué l'analyse chimique pour chaque échantillon, en fonction du temps de calcination.

Echantillon TC1

Classe granulométrique	Temps (min)	Δ P (%)	Analyse des éléments majeurs (%) (TC1)							
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅
(-1+0.5) mm	10	9.50	0.40	0.79	0.053	55.94	0.23	<0.05	<0.05	<0.05
	30	21.28	0.84	1.02	0.051	55.95	0.28	<0.05	<0.05	<0.05
	60	26.54	0.46	0.96	0.052	68.53	0.26	<0.05	<0.05	<0.05
(-0.5+0.1) mm	30	25.26	2.23	0.82	0.059	62.89	0.37	<0.05	<0.05	<0.05
	60	29.33	0.83	1.14	0.059	68.89	0.66	<0.05	<0.05	<0.05

Tableau V.13 : Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux, après calcination (Echantillon TC1).

Echantillon TC2

Classe granulométrique	Temps (min)	Δ P (%)	Analyse des éléments majeurs (%) (TC2)							
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅
(-1+0.5) mm	10	10.07	0.31	0.56	0.014	55.52	0.54	<0.05	<0.05	<0.05
	30	23.69	0.23	0.50	0.014	55.98	0.49	<0.05	<0.05	<0.05
	60	29.69	2.35	0.70	0.015	64.38	0.13	<0.05	<0.05	<0.05
(-0.5+0.1) mm	30	28.82	0.42	1.22	0.032	56.06	0.34	<0.05	<0.05	<0.05
	60	33.95	0.44	0.60	0.032	67.09	0.24	<0.05	<0.05	<0.05

Tableau V.14 : Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux, après calcination (Echantillon TC2).

Echantillon TC3

Classe granulométrique	Temps (min)	Δ P (%)	Analyse des éléments majeurs (%) (TC3)							
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅
(-1+0.5) mm	10	6.13	0.44	0.59	0.027	56.91	0.21	<0.05	<0.05	<0.05
	30	27.00	0.02	0.46	0.032	61.64	0.18	<0.05	<0.05	<0.05
	60	28.60	0.32	0.52	0.032	65.24	0.24	<0.05	<0.05	<0.05
(-0.5+0.1) mm	30	22.78	0.10	0.25	0.056	61.97	0.40	<0.05	<0.05	<0.05
	60	26.93	<0.05	0.19	0.046	65.05	0.29	<0.05	<0.05	<0.05

Tableau V.15 : Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux , après calcination (Echantillon TC3).

Echantillon TC4

Classe granulométrique	Temps (min)	Δ P (%)	Analyse des éléments majeurs (%) (TC4)							
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅
(-1+0.5) mm	10	8.45	<0.05	0.25	0.035	49.95	0.13	<0.05	<0.05	<0.05
	30	28.00	<0.05	0.30	0.033	62.36	0.44	<0.05	<0.05	<0.05
	60	32.71	1.23	1.00	0.034	68.65	0.33	<0.05	<0.05	<0.05
(-0.5+0.1) mm	30	19.62	<0.05	0.43	0.054	61.35	0.24	<0.05	<0.05	<0.05
	60	29.77	0.79	0.96	0.054	65.87	0.37	<0.05	<0.05	<0.05

Tableau V.16 : Résultats des analyses chimiques et des rendements pondéraux après calcination (Echantillon TC4).

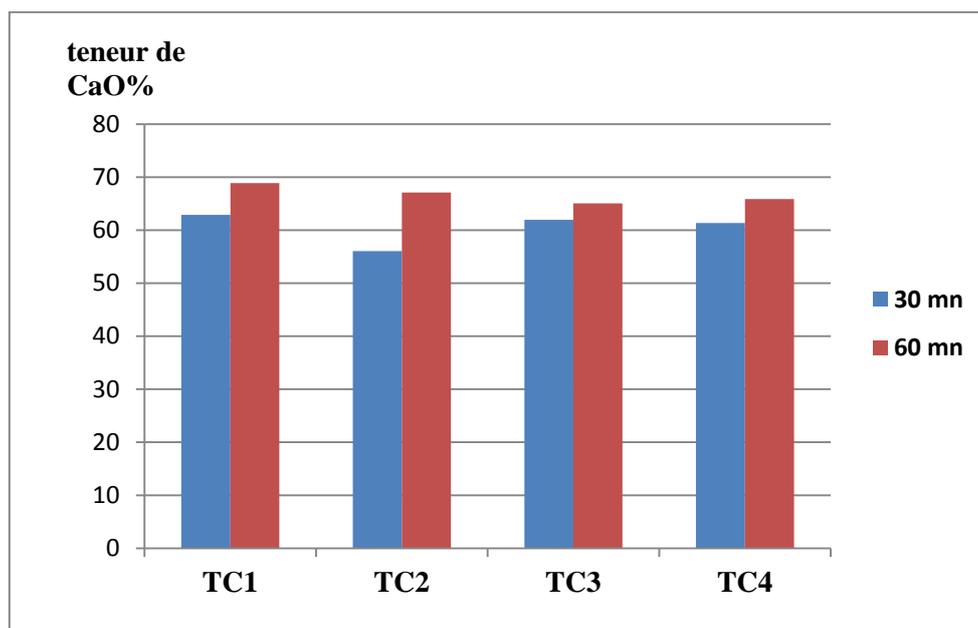


Figure V.14 : Histogramme sur la répartition de teneur de CaO sur les quatre échantillons, dans la classe (-0.5+1.0), du minerai de carbonate de calcium, après calcination

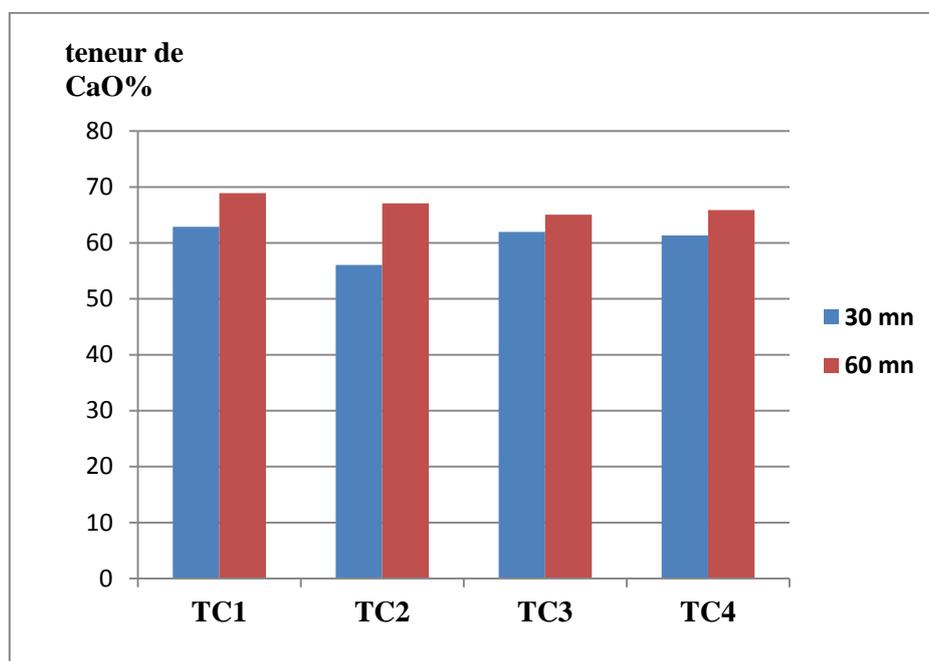


Figure V.15 : Histogramme sur la répartition de teneur de CaO sur les quatre échantillons, dans la classe (-0.1+0.5), du minerai de carbonate de calcium, après calcination

IV. Interprétation des résultats

Suite aux essais de calcination, on peut conclure que :

- ❖ Le degré de blancheur des différents échantillons du tout-venant de carbonate de calcium après calcination est fortement amélioré après une heure ;
- ❖ Augmentation de la teneur de l'oxyde de calcium(CaO) au bout d'une heure, elle dépasse les 65% pour les deux classes granulométriques

CHAPITRE VI PLAN D'EXPÉRIENCE

INTRODUCTION [12], [13]

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt, y , et des variables, x_i . Il faut penser aux plans d'expériences, si l'on s'intéresse à une fonction du type : $y=f(x)$. Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'espace expérimental et celle de modélisation mathématique des grandeurs étudiées.

I-NOTIONS ESSENTIELLES DANS LE PLAN D'EXPERIENCE [12]

1.1-Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la réponse, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme «variable», on utilisera le mot facteur. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (Figure VI.1). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.

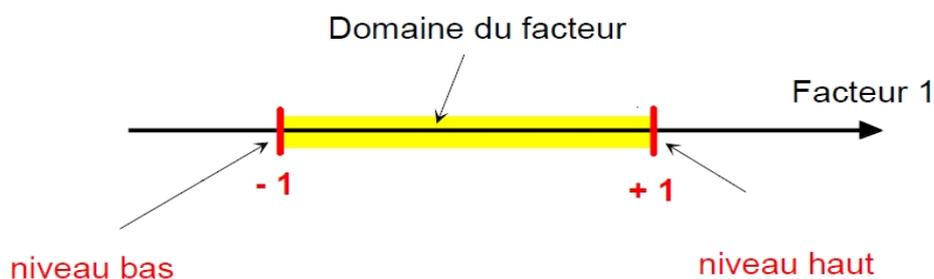


Figure VI.1-Domaine de variation d'un facteur

Le niveau bas du facteur est noté par - 1 et le niveau haut par +1. Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre entre les deux niveaux le niveau bas (-1) et le niveau haut (+1) s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le domaine du facteur.

S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé l'espace expérimental (Figure VI.2).

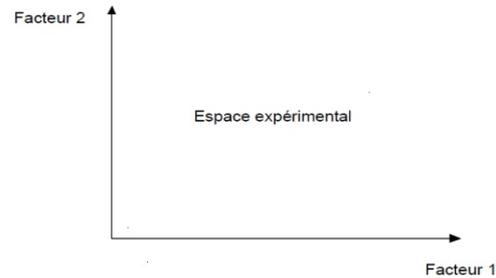


Figure VI.2-Domaine de variation de deux facteurs.

Le niveau x_1 du facteur 1 et le niveau x_2 du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (Figure VI.3). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux

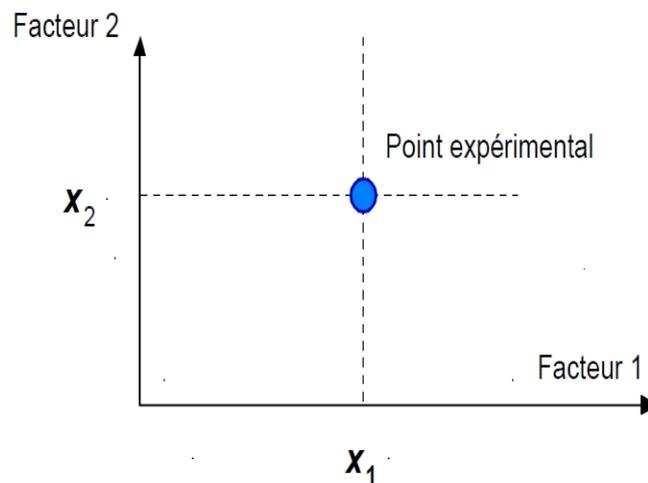


Figure VI.3-Présentation d'un point expérimental dans l'espace expérimentale

Le regroupement des domaines des facteurs définit le «*domaine d'étude*». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (Figure VI.4). Cette façon de représenter une expérimentation par des points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude.

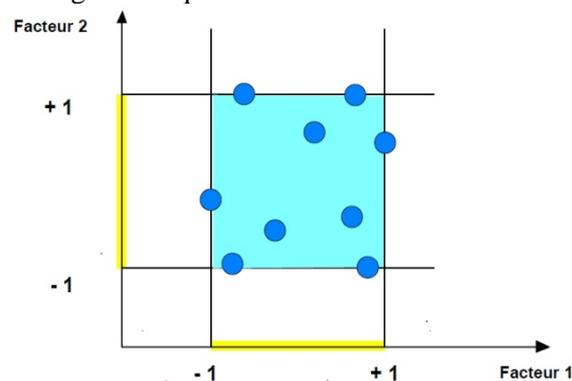


Figure VI.4- présentation des points expérimentaux dans le domaine d'étude.

I.2- Notion de surface de réponse

Les niveaux x_i représentent les coordonnées d'un point expérimental et y est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs. A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude, correspond un ensemble de réponses, qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (Figure VI.5).

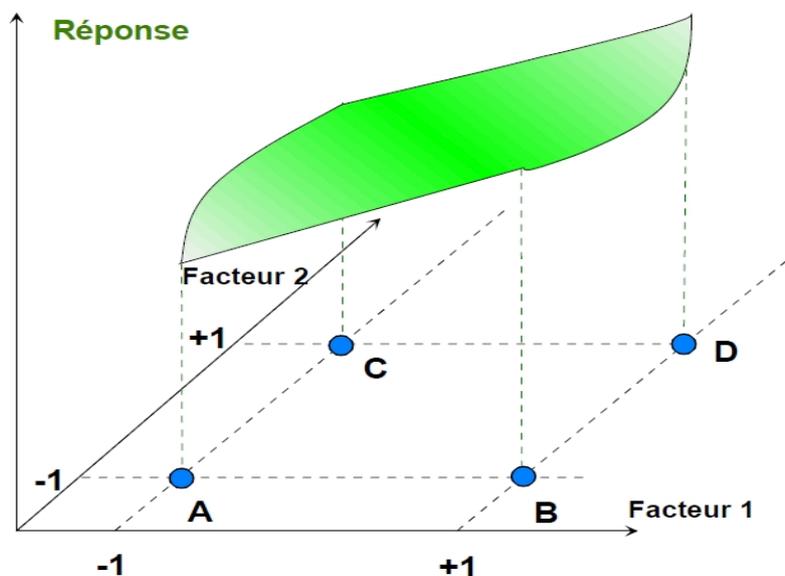


Figure VI.5-La surface de réponse

Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.

I.3- Notion de modélisation mathématique

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z$$

II. PLAN D'EXPERIENCE DE SECONDE DEGRE [13]

Environ 80 % des applications courantes utilisent les plans dont les facteurs prennent deux niveaux et dont le modèle mathématique de la réponse est du premier degré. Mais il arrive assez souvent que le modèle du premier degré soit insuffisant pour expliquer les réponses mesurées. Dans ce cas, il faut passer à un modèle du second degré. Par exemple, le modèle mathématique postulé utilisé avec les plans du second degré est, pour deux facteurs, égal à :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 + \epsilon$$

Les termes carrés traduisent la courbure de la surface de réponse et permettent de découvrir des minimums et des maximums. La contre partie est que l'on augmente le nombre des coefficients du modèle, c'est-à-dire le nombre d'inconnues. Il faut donc ajouter des points d'expériences pour avoir un nombre d'équations suffisant pour calculer les coefficients.

II.1- Objectif

En général, l'objectif des plans du second degré concerne la modélisation du phénomène. Ces plans sont bien adaptés pour traiter des problèmes d'optimisation.

II.2- Les Types

Il existe plusieurs types de plans du second degré, mais ils permettent tous de trouver les mêmes surfaces de réponse.

Pour 2 facteurs, on peut représenter la surface de réponse dans un espace à 3 dimensions. Il y a 2 dimensions pour les facteurs et 1 pour la réponse.

Pour 3 facteurs, la surface de réponse possède 3 dimensions, c'est donc un volume au sens normal de ce mot.

Parmi les plans du second degré citons les plus employés :

- Les plans de composites ;
- Les plans de Box-Behnken ;
- Les plans de Doehlert.

Pour notre travail, nous avons opté pour un plan composite centré.

II.3- Les éléments d'un plan composite

Les plans composites présentent trois parties :

- Le plan factoriel : c'est un plan factoriel complet ou fractionnaire à deux niveaux par facteurs. Les points expérimentaux sont aux sommets du domaine de l'étude : carré, cube ou hypercube.
- Le plan en étoile : les points du plan en étoile sont sur les axes qui représentent les facteurs et ils sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude. Cette distance particulière est appelée alpha (α). Elle joue un rôle important pour la qualité du modèle et ne doit pas être choisie au hasard.

Chapitre VI : Plan d'expérience

- Les points au centre du domaine d'étude : on ajoute toujours des points expérimentaux situés au centre du domaine d'étude, et cela aussi bien pour les plans factoriels que pour les plans en étoile. Ces points servent, d'une part, à contrôler qu'il n'y a pas de glissement entre le plan factoriel et le plan en étoile, d'autre part, à obtenir une estimation de l'erreur expérimentale.

Le nombre total, n , d'essais à réaliser est la somme :

-Des essais du plan factoriel, soit n_f ;

-Des essais du plan en étoile, soit n_α ;

-Des essais au centre, soit n_0 .

Le nombre total, n , d'essais d'un plan composite est donné par la relation :

$$n = n_f + n_\alpha + n_0$$

La figure suivante illustre un exemple d'un plan 2^2 :

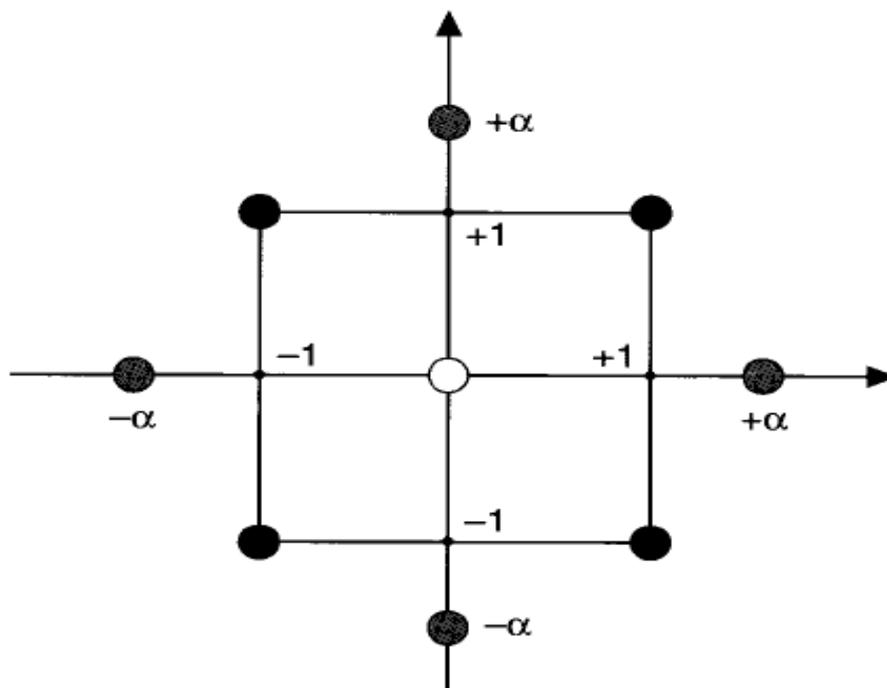


Figure VI.6- Plan composite pour l'étude de deux facteurs

Chapitre VI : Plan d'expérience

Essai	Facteur 1	Facteur 2
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1
5	0	0
6	0	0
7	- α	0
8	+ α	0
9	0	- α
10	0	+ α
11	0	0
12	0	0

Tableau VI.1 -Plan composite pour deux facteurs

III. APPLICATION DU PLAN D'EXPERIENCE SUR LA CALCINATION DE CaCO_3

On a effectuée l'opération de calcination sur le minerai du carbonate de calcium dans le but de produire de la chaux. On a fait varier deux paramètres sur cette étude : la classe granulométrique et le degré de cuisson, après on a fait les analyses chimiques par spectrométrie par fluorescence X pour avoir la variation de la teneur de l'oxyde de calcium ($\text{CaO}\%$)

On a fait appel au plan d'expérience, à l'aide d'un logiciel de Statistica 5.5, pour nous donner la valeur optimale de la teneur de CaO , sous les effets des facteurs intervenant ; la classe granulométrique et la durée de détention.

III.1-Analyse des résultats par Statistica 5.5

Ce logiciel pratique l'analyse des effets des facteurs sur la teneur en CaO ; la figure(VI.8) donne le diagramme de Pareto (*) des effets pour le % de CaO . Ce diagramme représente un histogramme sur les effets des différents facteurs classés par ordre décroissant.

Au seuil de la signification de 5%, aucun facteur ne présente d'effet significatif sur la réponse étudiée (% CaO). Il faut considérer le risque $\alpha = 15\%$ pour voir les deux termes Classe granulométrique x Temps et Temps (terme Linéaire), pour avoir des effets significatifs sur le % en CaO .

Chapitre VI : Plan d'expérience

En mettant tous les autres termes (non significatifs) dans le terme d'erreur, on obtient le modèle suivant :

$$\%CaO = 55,6 + 3,379 \times CG + 6,457 \times CG \times t \quad (R^2 = 0,536)$$

Avec t : Temps....

CG : classe granulométrique

R^2 : coefficient de détermination multiple

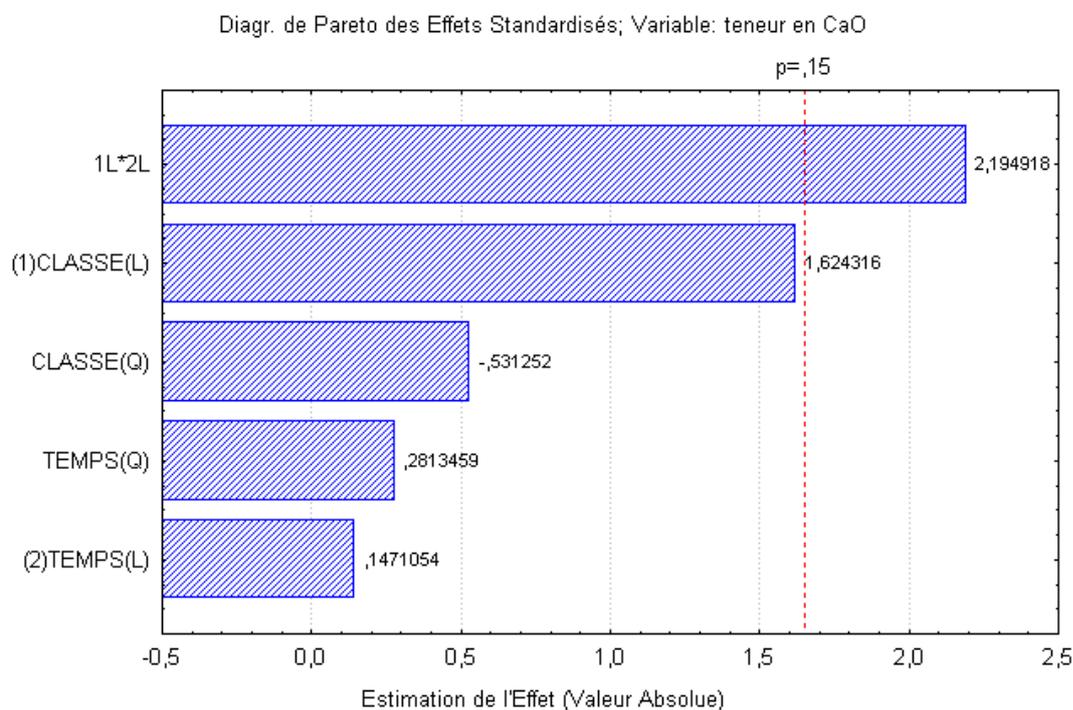


Figure VI.8- Diagramme de Pareto pour la teneur en CaO

La surface de réponse pour la teneur en CaO, en fonction des niveaux des facteurs, est donnée sur la figure VI.9.

Cette courbe permet de situer les domaines des temps et des classes granulométriques les plus intéressants pour , obtenir un meilleur rendement en CaO.

Ainsi, cette courbe prévoit des valeurs élevées en %CaO dans le quadrant supérieur droit (valeurs élevées de temps et de classe granulométrique) et également dans le quadrant inférieur gauche (faible temps et faible classe granulométrique).

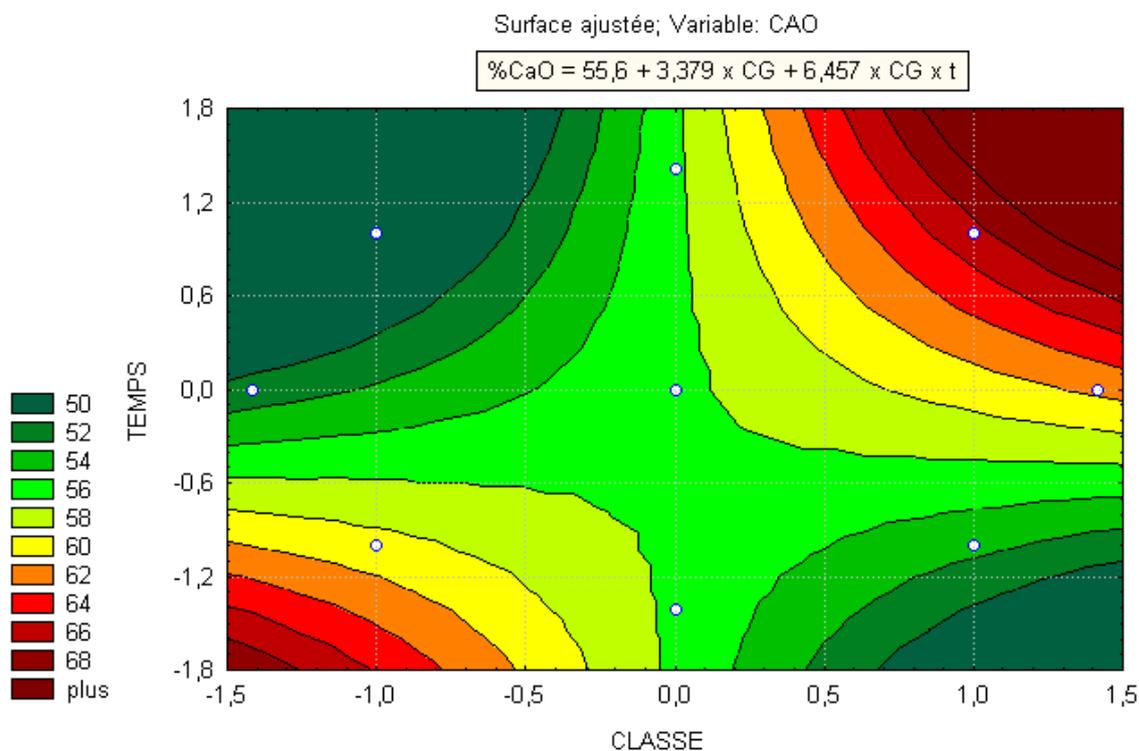


Figure VI.9- Surface de réponse pour la teneur en CaO.

Notons que l'analyse a été faite, en utilisant les variables réduites, notées comme suit :

Facteur	NIVEAUX				
	$-\alpha$	-1	0	$+1$	$+\alpha$
Classe granulométrique (mm)	0,2068	0,30	0,525	0,750	0,8431
Temps (min)	1,715	10	30	50	58,284

Tableau VI.2 : Variation de facteur du plan d'expérience en fonction de temps et la classe granulométrique.

La précision du modèle peut également être appréciée en examinant la figure (VI.10), qui donne les valeurs prévues (par le modèle) par rapport aux valeurs observées.

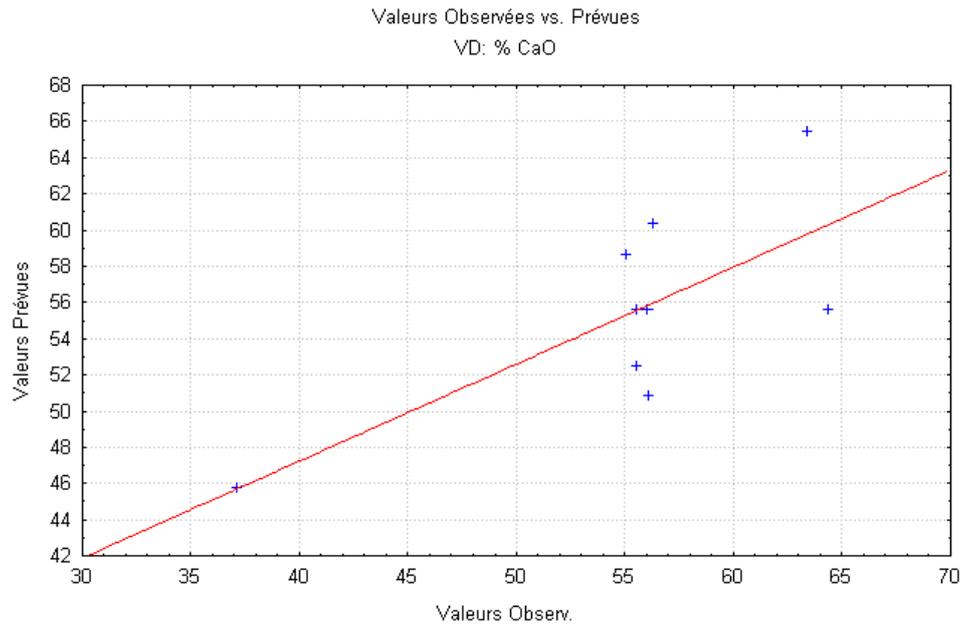


Figure VI.10- Valeurs prévues en fonction des valeurs observées

III.2-Interprétation des résultats

Pour obtenir le maximum de renseignements avec un minimum d'essais de la calcination du carbonate de calcium pour produire la chaux, le plan d'expérience nous aide à atteindre notre but en utilisant le logiciel de Statistica 5.5, donc on peut conclure, que :

- ❖ La classe granulométrique de carbonate de calcium efficiente est $[-0.5+1.0]$;
- ❖ Le temps minimum pour obtenir de la chaux est 40min.

CONCLUSION

Conclusion générale

CONCLUSION

L'objectif de cette étude préliminaire a consisté à produire du carbonate de calcium et de la chaux, présentant un indice de blancheur, répondant aux normes de commercialité, afin d'être utilisé dans diverses industries (peinture, papier, pharmacie, métallurgie).

Notre investigation a porté sur quatre échantillons de CaCO_3 [TC1, TC2, TC3 et TC4], provenant du gisement du Djebel El Madjène, transmis par l'Entreprise Nationale des Granulats à l'ORGM, pour améliorer l'indice de blancheur. Ces échantillons ont un faible indice de blancheur, ne dépassant les 70%. A cet effet, quatre méthodes distinctes ont été testées pour répondre à ce problème, à savoir :

1-Une séparation électromagnétique a été pratiquée sur deux tranches granulométriques: [-0.1+0.5] et [-0.5+1.0]. Deux intensités de séparation magnétique de 10A et 2.5A ont été testées, permettant d'obtenir des degrés de blancheur correspondants de 83% à 88% et de 85% à 89%.

Concernant l'enrichissement par séparation électromagnétique, il ressort :

- Qu'il faille éliminer la classe granulométrique [-0.1], contenant une partie importante d'impureté, telle que l'oxyde de fer ;
Comme recommandation, il est donc nécessaire de pratiquer un dépoussiérage préalable avant de pratiquer cette séparation électromagnétique ;
- Qu'il faille pratiquer une séparation électromagnétique sous haute intensité, répondant parfaitement aux normes de commercialité.

2-Une flottation avec utilisation de divers réactifs :

- Un déprimant, tel que ZnSO_4 , de couleur bleue ;
- Un collecteur, tel que xanthate, de couleur jaune ;

Les résultats obtenus, concernant l'indice de blancheur, s'avèrent être négatifs, car les concentrés obtenus sont de couleur moins blanche que le produit utilisé. Cette diminution de blancheur résulte du mélange coloré entre les réactifs et le tout-venant.

3-Une application du procédé d'attrition, en utilisant comme solvants la dithionite de sodium ou l'hypochlorite de sodium.

En comparant ces deux solvants, deux problèmes apparaissent, lorsque nous les utilisons sous certaines conditions :

- Pour la dithionite de sodium, l'inconvénient est qu'il soit inflammable, lorsqu'il se présente sous forme solide (odeur de soufre). Cependant, sous forme aqueuse, ce problème disparaît ;

Conclusion générale

- Pour l'hypochlorite de sodium, la présence de chlore peut présenter certains inconvénients, mais sous forme diluée il ne présente aucun problème d'utilisation.

Au vu des résultats obtenus lors des essais d'investigation, on peut conclure, que :

- La concentration en dithionite de sodium dans la solution, variant entre 0.1% et 0.25% permet d'obtenir un indice de blancheur atteignant les 90% ;
- Il en est de même ; pour cet indice de blancheur de 90%, en utilisant une solution d'hypochlorite de sodium de 20°.

Concernant les coûts des réactifs, au vu des résultats obtenus de l'indice de blancheur, nous pourrions choisir ces deux solvants en tenant compte de la dilution de la dithionite, du fait qu'elle soit plus chère.

Cet avantage de ce procédé d'attrition, par rapport aux autres procédés, se manifeste par le fait que les fines présentent des surfaces de contact plus grande vis-à-vis du solvant utilisé, et, de ce fait, le phénomène de diffusion est de l'oxyde de fer est plus importante.

4-La production de chaux vive (CaO) provient de la calcination du carbonate de calcium, à la température de 900°. Les paramètres technologiques, afférents cette cuisson, fait appel à une étude de variabilité de la classe granulométrique et de la durée de rétention (temps). Afin d'optimiser ces deux variables, nous avons fait appel à l'utilisation de plan d'expérience. Les résultats obtenus, par le logiciel « Statistica 5.5 », ont choisi à une classe granulométrique de [-0.5 +1.0] durant 40 minutes.

Concernant des propositions d'élaboration de schéma technologique de traitement du minerai de CaCO₃, nous proposons deux cas de figures :

1- En se basant sur la présentation de service entre l'ORGM et l'ENG, des recommandations ont été prises en considération, pour apporter des solutions. Ayant suivi tous ces essais, et compte tenu des solutions proposées par l'ORGM, à savoir la séparation électromagnétique et la calcination. Un schéma technologique a été proposé (figure 1), en considérant d'autres tests effectués à l'ENP et d'autres tests à l'ORGM

2- D'autres tests d'investigation ont eu lieu, proposant d'autres solutions :

-attrition et calcination ;

-flottation (résultat négatif).

Comme recommandation, nous proposons d'autres schémas (figure 2) et (figure3) tout en signifiant que les essais sont insuffisants pour la pratique de plan d'expérience, afin d'optimiser les paramètres technologiques finaux.

Conclusion générale

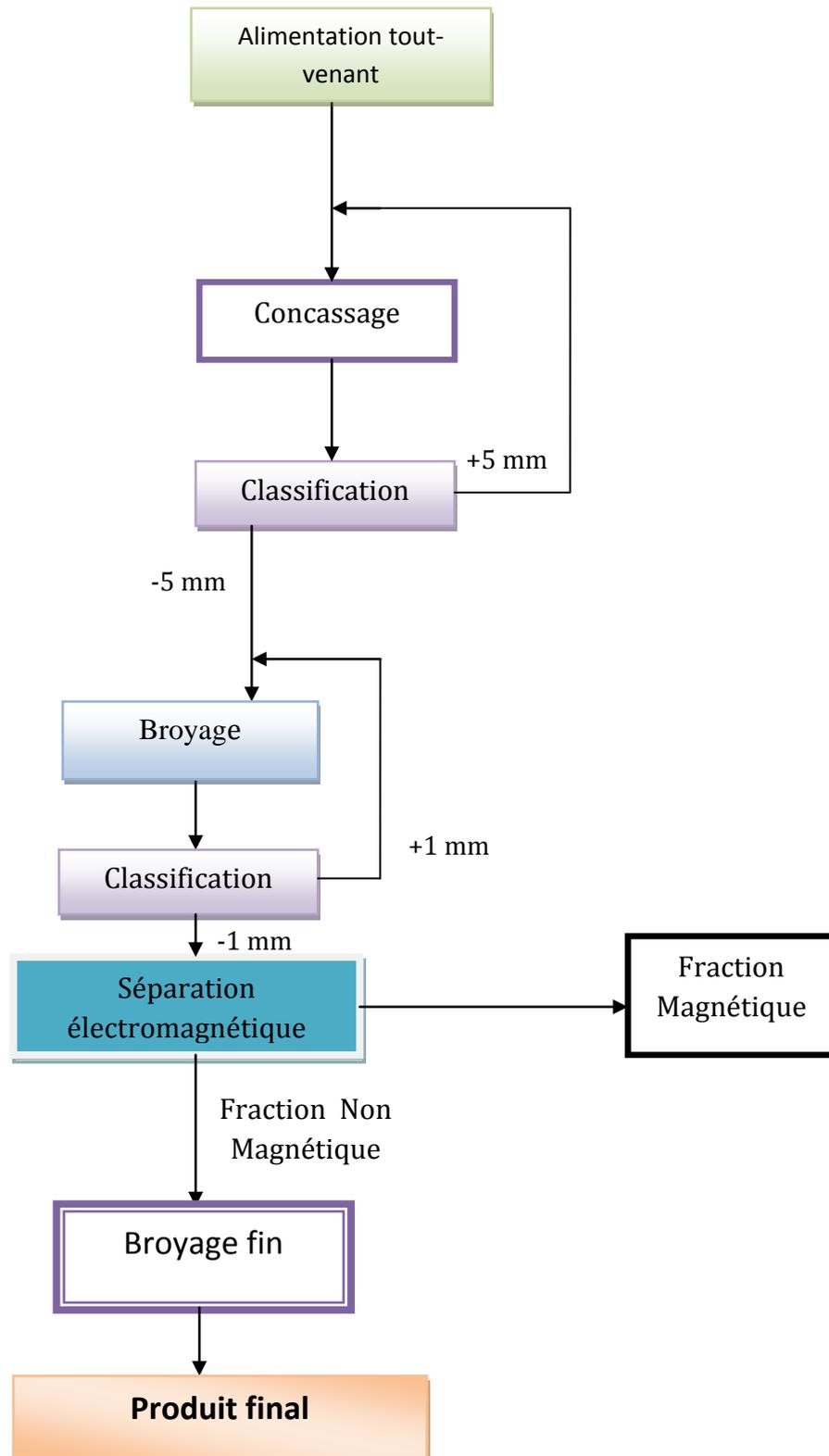


Figure 1-Schéma technologique proposé pour le traitement de carbonate de calcium d'El-Khroub par séparation électromagnétique

Conclusion générale

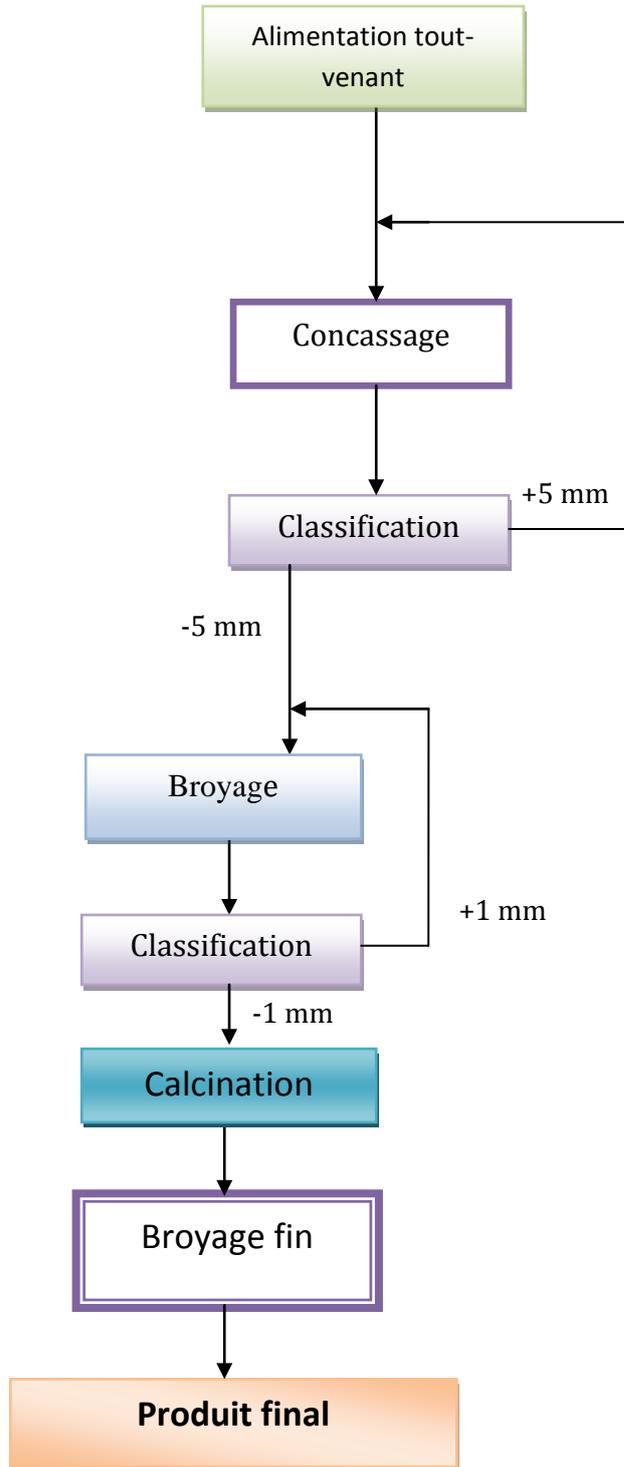


Figure 2-Schéma technologique proposé pour le traitement de carbonate de calcium d'El-Khroub par calcination

Conclusion générale

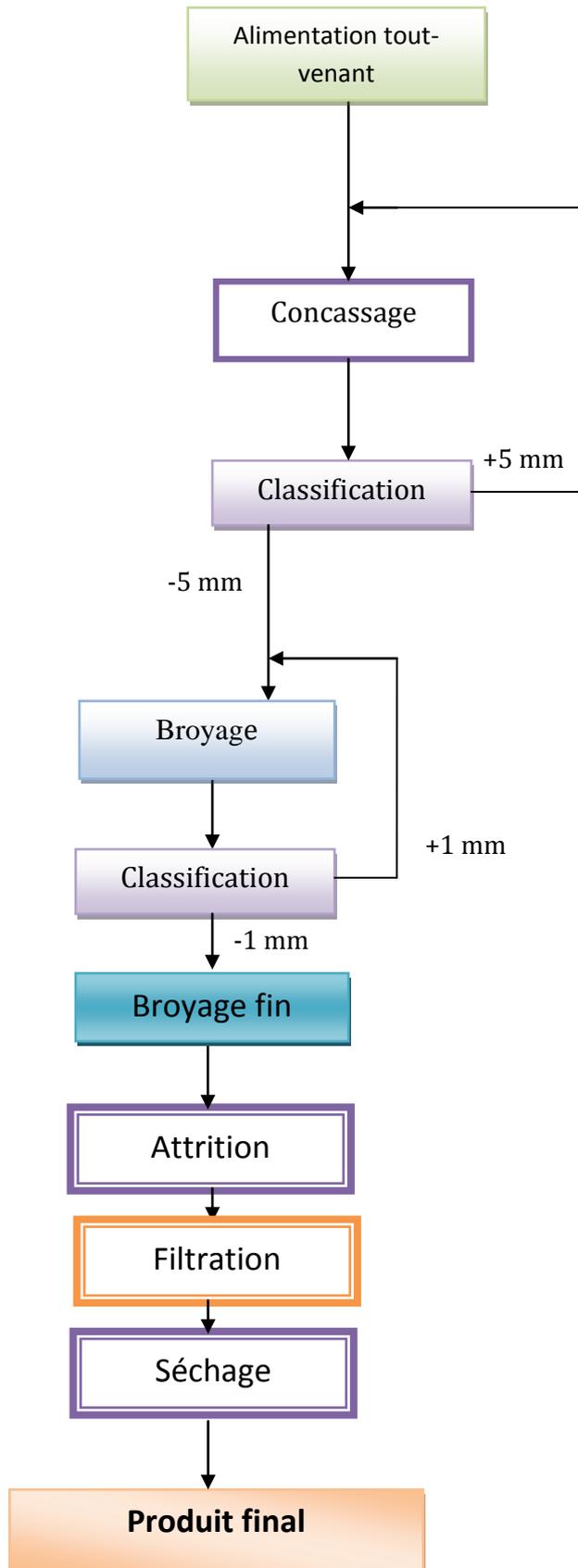


Figure -Schéma technologique proposé pour le traitement de carbonate de calcium d'El-Khroub par l'attrition

Conclusion générale

BIBLIOGRAPHIE

Bibliographie

- [1] : THAIBAOUI. Khalil « Essais d'amélioration de l'indice de blancheur du minerai de carbonate de calcium d'El-Khroub » (PFE 2009) ENP Alger
- [2] :M.GHEDIR BRAHIM Samir« Essais d'amélioration de l'indice de blancheur du minerai de carbonate de calcium d'El-Khroub », (PFE 2005) ENP Alger
- [3] : AKKAL Rezki « Etude comparative des procédés minéralurgiques appliqués à la valorisation des feldspaths d'origine locale : critères de choix des procédés et définition d'un procès » (thèse magister 2006) ENP Alger
- [4] : J.DEDEK, Le carbonate de chaux, Lauvin, (1966)
- [5] :M.OULD HAMMOU « cours de Minéralurgie », école nationale polytechnique
- [6] : A.SAADA « cours de Métallurgie », école national polytechnique
- [7] :P.BLAZY, La valorisation des minerais, Paris, (1970)
- [8] : G.GILLET, Séparation magnétique, technique de l'ingénieur
- [9] : Projet sur l'évaluation du gisement des calcaires de Djebel El Madjène, ORGM, décembre 2010
- [10] : Projet sur l'évaluation du gisement des calcaires de Djebel El Madjène (carbonate de calcium, chaux, granulats et sable de carrière) W.Constantine, ORGM, décembre 2011
- [11]: A.ROSKILL, The economics of ground calcium carbonate, London, First edition (2002)
- [12]: J .GOUPY, L. Creighton, Introduction aux plans d'expériences, 3^e édition, Dunod
- [13]: J. GOUPY, Les plans d'expérience
- [14]:F.DONET, l'eau de javel et ses usages
- [15]:<http://www.futura .sciences.fr/calcite>
- [16]:<http://www.eng.spa>
- [17] : Rapport finale de l'ENG
- [18] : RAPPORT GEOLOGIQUE FINAL/ AGREGATS DU GISEMENT D'AIN SMARA, CONSTANTINE (A. A. MOUSSA ET FETTOUM).
- [19] : dithionite de sodium-wikipédia.htm
- [20] : calcination –wikipédia.htm

ANNEXES

ANNEXE I

Confection de lames minces et sections polies

Nous appelons « lame standard » une lame mince confectionnée à partir d'une roche ayant une épaisseur de 30 μ . Cette lame est collée sur un porte-objet de verre d'une épaisseur de 15 à 16, dixièmes de millimètre et recouverte d'une lamelle

Les étapes de la confection sont les suivantes :

1 - RECEPTION, IDENTIFICATION ET CONTROLE :

Afin d'éviter toute erreur, il faut classer les échantillons suivant le numéro d'ordre de la commande d'analyse. Reporter sur une étiquette le numéro et les indications que le géologue veut conserver.

2 - SCIAGE :

Observer le sens de sciage indiqué par le géologue. Si aucun sens de coupe n'est indiqué, il convient de trancher perpendiculairement à la foliation ou à la linéation de la roche. Couper une tranche de roche d'environ 5 cm d'épaisseur pour obtenir un « sucre » pour la lame mince et une « pastille » pour la section polie.

3 - DRESSAGE :

Repérer la face à dresser, pour user les rayures tracées par la scie :

- Dressage à l'émeri 320 :

Enduire le plateau de la polisseuse, avec de l'émeri 320 mélangé à l'eau. Amener la vitesse de rotation de la polisseuse à 250 t/mn et passer l'échantillon sur toute la surface du plateau jusqu'à obtention d'une surface homogène.

- Dressage à l'émeri 600 : Même opération que la précédente afin de rendre la surface du « sucre » ou de la « pastille » plus lisse, en utilisant l'émeri 600, Voir étape 9, pour la suite de la confection de la section polie.

4 - SECHAGE ET COLLAGE :

Placer à sécher durant 1h les « sucre » classés par ordre et surfaces (faces à coller dirigées vers le haut) sur une plaque chauffante à 60°C de température, puis ramener la température à 30°C. Coller le porte-objet (face dépolie et numérotée) sur le « sucre » en appuyant au centre puis vers la périphérie, pour chasser les bulles d'air. Laisser les « sucre » durcir pendant 1h30m à une température de 30°C.

5 - USINAGE :

L'usinage consiste à réduire l'épaisseur des « sucre » collés sur les porte-objets jusqu'à 40 μ à l'aide de la rectifieuse multiplaque (automatique).

6 - MISE A L'ÉPAISSEUR DE 30 μ :

Cette étape consiste à réduire, à la machine ou à la main sur une dalle de verre, l'épaisseur de la lame mince à 30 μ . Pour contrôler l'épaisseur (30 regardé la lame mince au microscope polarisant, lorsque le quartz est blanc en lumière naturelle, l'épaisseur est bonne.

7 - COUVERTURE :

De nouveau sécher et coller la lamelle « couvre-objet » comme dans l'étape N°4. Avant de coller la lamelle, inscrire à l'encre de « chine » le N° se rapportant à l'échantillon. Pour de bons résultats, chasser les bulles d'air piégées dans la colle entre le couvre-objet et la roche.

8- FINITION :

Tremper durant 8h dans de l'eau, les lames minces couvertes. Enlever à l'aide d'une lame, la colle débordante et à l'aide de la polisseuse munie d'un papier abrasif № 600, La colle se trouvant à la surface de la lame mince. Nettoyer à l'alcool, la lame mince est prête.

9 – MEULAGE :

On utilise indifféremment du papier abrasif ou de la poudre de carborundum.

Dans le premier cas, on emploie des papiers abrasifs que l'on colle sur le plateau de la machine. On utilise successivement les granulométries № 120, 240,400 et 600 à raison de quelques minutes par type de papier.

Dans le second cas, la section est usée à la main sur la dalle de verre avec du carborundum en poudre de granulométrie équivalente aux précédentes. Cette première phase, assez brève, est suivie d'une seconde phase plus longue (1h) Au cours de laquelle on utilise du carborundum №1000.

ANNEXE II

L'hydrosulfite de sodium (dithionite de sodium)

L'hydrosulfite de sodium ou dithionite de sodium est une poudre blanche avec une très légère odeur soufrée. Bien qu'il soit stable dans la plupart des conditions, il se décompose dans l'eau chaude ou une solution acide. Il peut être obtenu grâce à la réaction suivante:



La méthode de blanchiment par dithionite est utilisée pour décaper les échantillons de leurs enduits d'oxydes de fer. C'est une méthode particulièrement efficace, en tout les cas si l'on opère selon les règles de l'art. Le principe repose sur la transformation des hydroxydes ferriques, peu solubles, en hydroxydes ferreux, beaucoup plus faciles à mettre en solution.

Le gros intérêt de cette méthode, surtout par rapport à celles qui utilisent des acides forts, est qu'elle peut être utilisée sur des minéraux généralement solubles dans ces mêmes acides (calcite, pyromorphite...) sans aucun risque. Elle est aussi intéressante pour la rapidité de son action puisqu'elle agit en quelques heures (au maximum en 24 h). La durée et l'importance du rinçage sont très raisonnables et les produits employés sont peu toxiques pour le préparateur, en tout les cas si celui-ci respecte bien les règles de manipulation.

L'hypochlorite de sodium (eau de javel)

L'eau de Javel est aussi appelée solution d'hypochlorite de sodium. L'eau de Javel a des propriétés détachante, blanchissante, désodorisante et désinfectante. La réaction de produire de l'eau de Javel (NaClO) à partir de chlore et de soude (NaOH) est :



L'eau de Javel est une solution basique, dont le pH varie en fonction de la concentration (pH = 11,5 pour l'eau de Javel à 2,6 % de chlore actif ; pH = 12,5 pour l'eau de Javel concentrée à 9,6 % de chlore actif).

L'eau de Javel contenant des atomes de chlore, on dit souvent par extension que de l'eau javellisée est « chlorée », terme qui est imprécis, car l'acide chlorhydrique est également une solution chlorée, et l'odeur caractéristique de l'eau de Javel n'a rien à voir avec l'odeur du dichlore.

* Les unités

Degré chlorométrique (°chl.) de Gay-Lussac : unité française exprimant le volume (en litre) de chlore gazeux libéré qu'un litre de solution ou d'extrait est capable de dégager en présence d'acide (dans des conditions définies de température et de pression). Exemple : une solution à 1° chl. libère un litre de chlore gazeux.

*Pourcentage de chlore actif : représente la masse (en grammes) de chlore gazeux libérée à partir de 100 g de produit.

Exemple : 100 grammes d'une solution à 2 % de chlore actif génèrent 2 g de chlore gazeux.

ANNEXE III Caractéristiques physiques

1. Le taux d'humidité :

Le taux d'humidité est défini par le pourcentage d'eau contenu dans l'échantillon. On procède de la manière suivante :

Nous séchons l'échantillon de masse M_i à la température de $T^\circ=103^\circ\text{C}$

- Nous pesons notre échantillon après deux heures de séchage, nous obtenons une nouvelle masse M_0 , on calcule le taux d'humidité.

$$T(\%)=100*(M_i-M_0)/M_0$$

2. La masse volumique :

La masse volumique d'un corps est la masse de l'unité de volume de ce corps, on distingue :

La masse volumique absolue et la masse apparente.

La masse volumique absolue : c'est la masse de l'unité de volume absolu du corps, sans tenir compte du volume du vide.

Tandis que la masse volumique apparente, on tient compte du volume des vides.

On s'intéresse à la masse volumique apparente, pour la déterminer, on a utilisé la méthode de l'éprouvette graduée.

Principe :

-Mettre dans une éprouvette graduée un volume V_1 d'eau

- Poser une masse M du corps (de l'ordre de 300 g), et l'introduire dans l'éprouvette.

Lire le nouveau volume V_2 .

Le volume absolu est $V = V_2 - V_1$

Et la masse volumique absolue : $M / V_2 - V_1$

3. La porosité :

Toutes les roches présentent dans une proportion plus ou moins grande, des fissures ou des petits vides, qui renferment souvent l'eau. On appelle porosité d'une roche, le volume des vides contenus dans l'unité de volume de matière.

$$P(\%) = (\text{volume des vides} / \text{volume de matière}) * 100$$

Principe :

-Chasser tout le liquide à $T^\circ=103^\circ\text{C}$, et peser le matériau à sec.

-Remplir ces vides avec de l'eau.

-Une nouvelle pesée donnera le résultat recherché.

4. La dureté :

La dureté est définie par la résistance d'un minéral à la rayure ou à l'abrasion, elle dépend de la structure cristalline et des forces de liaisons entre les atomes. Dans l'échelle de MOHS chaque minéral raye le précédent et il est rayé par le suivant,

-Echelle de MOHS :

1- TALC $\text{Mg} [\text{Si}_4\text{O}_{10}] (\text{OH})$

2- GYPSE $\text{CaCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

3- CALCITE CaCO_3

4- FLUORINE CaF_2

5- APATITE $\text{Ca}_5 (\text{PO}_4)_3 \text{F}$

6- ORTHOSE $\text{K} (\text{AlSi}_3\text{O}_8)$

7- QUARTZ (SiO_2)

8- TOPAZE $\text{Al}_2 [\text{SiO}_4] (\text{F}, \text{OH})_2$

9- CORINDON Al_2O_3

10- DIAMANT C.

ANNEXE IV

Dosage du Fe par spectrométrie d'absorption atomique

Après le quartage et le broyage on utilise les matériels et les réactifs suivants :

- burette graduée et son support ;
- Bêchers de 100ml ;
- Erlenmeyer ;
- Pipettes de 10ml ;
- Balance de 4 chiffres ;
- Fiole jaugée de 100 ml ;
- Gode en téflon ;
- Acide fluorhydrique (d 1.13, 40%) ;
- Chlorhydrique (d 1.19) ;
- Acide nitrique (d 1.33, 5%).

La préparation pour le passage A A S :

Peser 0.5000g de minerais, dissoudre dans un bécher en téflon de 250ml 10ml de HF (acide fluorhydrique) et 5ml de HClO₄ (acide perchlorique)

-chouffer progressivement jusqu'à dégagement de fumées blanche

-laisser refroidir, ajouter 15ml de l'eau régale (1/3 V de HNO₃ pour 2/3 V de HCl) et chouffer encore la solution jusqu'à avoir un produit sec.

-laisser refroidir et rajouter 12.5ml de HCl (acide chlorhydrique) concentré pour dissoudre les sels formés

-transvaser dans une fiole de 100 ml après l'addition de d'eau déminéralisation et compléter au trait de jauge après le refroidissement de la solution, homogénéiser

-dans cette solution on peut déterminer : Pb, Cu, Fe, Zn, Au, Ag, Ca, Mg

Préparation des étalons : prépare neuf solution étalons à 0-1-10-25-50-100-150-200 et 250 µg/ml de chaque élément

-tracer la courbe d'étalonnage en portant en abscisses les concentrations et on donne les absorbances relatives correspondantes

-La mesure est affichée sur un calculateur elle donne la valeur en ppm on utilise cette formule pour trouver le pourcentage de l'élément dans le minerai :

$$\text{Fe \%} = \frac{10^{-6} * 100 * 100 * C\alpha}{pe}$$

, volume de fiole est 100ml

Cα : Valeur donnée par l'appareil

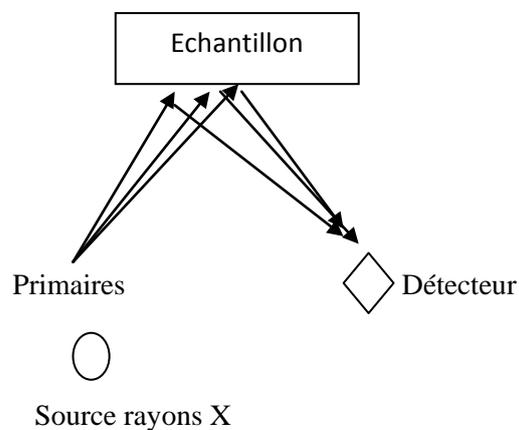
pe : Poids initial de minerai 0.5000g

Dosage du Fe par fluorescence X

Analyse par fluorescence X

La fluorescence X, méthode d'analyse non destructive exploite la fluorescence des éléments dans le domaine des rayons X, pour obtenir des renseignements qualitatifs et quantitatifs sur la composition de l'échantillon.

L'excitation peut être provoquée par un faisceau de rayons X, soit par bombardement avec des particules, généralement des électrons.



Lorsqu'on irradie un échantillon avec une source émettant des photons de grande énergie (plusieurs dizaines de KeV), on observe un type particulier de fluorescence située dans le domaine des rayons X.

Préparation des échantillons

L'analyse par fluorescence X, s'effectue lorsque les échantillons sont à l'état massif sous un vide primaire qui améliore nettement la précision des mesures.

